FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

141. BAND

SECHSTES (SCHLUSS-) HEFT

MIT 10 ABBILDUNGEN IM TEXT

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1954

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie.

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*.

Bis Band 58 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 58,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 40535

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 24
Fernsprecher 2440
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

Vertriebsvertretung im Ausland:
Lange, Maxwell & Springer Ltd., 242 Marylebone Road, London N. W. 1

Band 141 **Inhaltsverzeichnis.** (Schluß-) Heft 6

Originalabhandlungen.

Seite

Tewari, S. N., Analyse von anorganischen Verbindungen durch Papierchromatographie. II. Trennung und Nachweis von Quecksilber, Silber und Blei 401

Roth, H., und **W. Beck,** Die Bestimmung des Bors in borhaltigen Mineraldüngern mit der Estermethode. Mit 6 Textabbildungen 404

Roth, H., und **W. Beck,** Bestimmung des Bors in Pflanzen und Böden mit der Estermethode 414

Radmacher, W., und **P. Mohrhauer,** Gesamtschwefelbestimmung durch reduktiven Aufschluß. Mit 4 Textabbildungen 419

Wolf, H., und **W. Petzold,** Die Bestimmung des Sulfatgehaltes von Chromaten und Dichromaten 429

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Warenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem Chemical Examiner's Research Laboratory, Agra, Indien.

Analyse von anorganischen Verbindungen durch Papierchromatographie.

II. Trennung und Nachweis von Quecksilber, Silber und Blei.

Von
SWARUP NARAIN TEWARI.

(Eingegangen am 16. Dezember 1953.)

Bei der papierchromatographischen Trennung und dem Nachweis von Substanzen, welche eng beieinanderliegende R_f-Werte besitzen, treten Schwierigkeiten auf, wie bereits andere Autoren gefunden haben[1,2,3,4,5]. Aus unserer ersten Mitteilung[6], die sich mit der Trennung von Kupfer, Nickel und Kobalt beschäftigt, geht hervor, daß man durch das eingehende Studium aller physikalisch-chemischen Faktoren die papierchromatographische Trennung von Substanzen verbessern kann. Es werden daher in der vorliegenden Arbeit die Trennung von Blei, Silber und Quecksilber, ferner aber auch die Abhängigkeit der R_f-Werte von der Konzentration der Verbindungen untersucht.

Versuchsteil.

Im Laufe der Arbeit wurden sowohl die aufsteigende als auch die Ringpapierchromatographie benutzt und eine Technik für die Horizontalpapierchromatographie auf Whatman-Filterpapier Nr. 1 entwickelt. Der Apparat hierfür ist einfach, er enthält einen kleinen Glastrog, welcher sich in einem größeren Glasgefäß befindet, das mit Lösungsmitteldampf gesättigt ist. Der Docht zum Auftropfen des Lösungsmittels wird an einer Ecke des Filterpapiers angebracht und die zu chromatographierende Mischung auf einem Bogen mit einem Radius von 5 cm und dem Docht als Mittelpunkt auf das Papier gesetzt. Auf diese Weise wandern die Metallkationen in einem Quadranten und die effektive Strecke für ihre Fortbewegung wird verdoppelt. Diese Methode hat sich als nützlicher als alle anderen konventionellen Methoden erwiesen. Der Apparat kann Filterpapierstreifen von 16 × 10 cm aufnehmen und auch für die zweidimensionale Chromatographie benutzt werden.

Lösungsmittel.

Für die Trennung der Kationen wurden folgende Lösungsmittel benutzt:

Nr.	n-Butanol	Pyridin	Wasser
1.	20	1	4
2.	15	1	9
3.	10	1	14
4.	5	1	19

Anorganische Kationen.

Die Nitrate von Blei, Silber und Quecksilber wurden in reinem destilliertem Wasser gelöst, so daß 10 mg Kation/ml vorhanden waren; 0,1 ml der Lösung entsprechend 1 mg Kation wurden für den Test verwandt. Die Flecken der Mischung wurden etwa 3 cm vom Ende des Streifens entfernt angebracht, dann wurde 6 Std lang nach der aufsteigenden Technik mit dem Lösungsmittel behandelt. Die Ringpapierchromatogramme erforderten nur 30 min für die Entwicklung. Die Versuche wurden bei Temperaturen von 10° C, 20° C, 30° C und 40° C durchgeführt. Nach der Entwicklung wurden die Streifen bei Zimmertemperatur getrocknet und mit einer acetonischen Lösung von p-Dimethylaminobenzalrhodanin (für Silber und Quecksilber) und einer Lösung von Diphenylthiocarbazon in Chloroform (für Blei) besprüht. Die Tabellen 1—4 lassen den Einfluß der Zusammensetzung des Lösungsmittelgemisches, ferner der Temperatur, der Konzentration und der Fortbewegung der Lösungsmittelfront auf die R_f-Werte der Kationen erkennen.

Diskussion der Ergebnisse.

Die Tab. 1 zeigt, daß die R_f-Werte der verschiedenen Kationen mit der Zunahme der Wassermenge in dem Lösungsmittelgemisch zunächst größer werden, dann jedoch wieder abfallen, wenn der Anteil des Wassers in dem Gemisch weiter steigt. Wie man erkennt, tritt aber in allen Fällen eine gute Trennung der Kationen ein. Der Silberfleck zeigt mit dem Lösungsmittelgemisch 4 einen Schwanz. Daraus folgt, daß das Wasser in

Tabelle 1. *Einfluß der Zusammensetzung des Lösungsmittelgemisches. Entwicklungszeit 6 Std, Temperatur 30° C. Aufsteigende Chromatographie.*

Kationen	Lösungsmittelgemisch			
	1	2	3	4
	R_f-Werte			
Blei	0,040	0,055	0,048	0,034
Silber	0,220	0,522	0,451	0,201
Quecksilber	0,590	0,924	0,696	0,504

Tabelle 2. *Einfluß der Temperatur auf den R_f-Wert. Entwicklungszeit 30 min. Ringpapierchromatographie. Lösungsmittel: n-Butanol, Pyridin, Wasser = 20:1:4.*

Kationen	Temperatur			
	10° C	20° C	30° C	40° C
	R_f-Werte			
Blei	0,31	0,27	0,21	0,15
Silber	0,59	0,55	0,53	0,51
Quecksilber	0,92	0,81	0,82	0,74

dem Lösungsmittelgemisch eine sehr bedeutsame Rolle spielt. Im Laufe der Untersuchungen zeigte sich, daß die Temperatur einen wichtigen Einfluß auf die chromatographische Trennung von Metallkationen ausübt. Aus Tab. 2 erkennt man, daß die R_f-Werte mit ansteigender Temperatur stufenweise abnehmen. Die Banden sind bei den niedrigeren Temperaturen gut markiert und schmal, während sie bei ansteigender Temperatur

Tabelle 3a. *Einfluß der Konzentration auf die R_f-Werte. Entwicklungszeit 18 Std, Temperatur 20° C. Aufsteigende Technik.*

Kationen	mg Kation				
	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
	R_f-Werte				
Blei	0,07	0,08	0,09	0,10	0,11
Silber	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30
Quecksilber	0,53	0,61	0,72	0,74	0,75

Tabelle 3b. *Einfluß der Konzentration auf die R_f-Werte. Entwicklungszeit 18 Std, Temperatur 30° C. Aufsteigende Technik.*

Kationen	mg Kation				
	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
	R_f-Werte				
Blei	0,05	0,07	0,08	0,09	0,10
Silber	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27
Quecksilber	0,48	0,50	0,52	0,55	0,58

Tabelle 4. *Einfluß der Fortbewegung der Lösungsmittelfront. Horizontalpapierchromatographie.*

Kationen	R_f-Werte bei 20° C		R_f-Werte bei 30° C	
	4,7 cm	5,8 cm	4,7 cm	5,8 cm
	Lösungsmittelfront		Lösungsmittelfront	
Blei	0,27	0,17	0,21	0,15
Silber	0,55	0,53	0,53	0,51
Quecksilber	0,86	0,78	0,82	0,76

undeutlich werden und eine Tendenz zur Überlappung zeigen. Die bequemste Arbeitstemperatur war 30° C. Bei anorganischen Trennungen ist es nach unseren Versuchen nicht angebracht, bei Temperaturen oberhalb 40° C zu arbeiten.

Der Einfluß der Konzentration der Kationen auf die R_f-Werte kann sehr gut in Tab. 3a beobachtet werden. Die Werte für Blei, Silber und Quecksilber nehmen mit steigender Konzentration des Metalls zu. Die R_f-Werte, die man bei höheren Temperaturen (Tab. 3b) aber gleichen steigenden Konzentrationen gefunden hat, liegen alle niedriger als die

entsprechenden Werte der Tab. 3a. In Tab. 4 findet man Beobachtungen über den Einfluß des Weges der Lösungsmittelfront auf die R_f-Werte bei horizontaler Wanderung. Man erkennt, daß die R_f-Werte mit der Fortbewegung der Lösungsmittelfront, wie auch mit dem Anstieg der Temperatur abnehmen.

Zusammenfassung.

Es werden die Faktoren, welche die papierchromatographische Trennung von Blei, Silber und Quecksilber beeinflussen, untersucht. Es hat sich gezeigt, daß eine gute Trennung weitgehend abhängig von der Zusammensetzung des benutzten Lösungsmittelgemisches ist. Bei steigender Temperatur ändert sich die Phasenzusammensetzung des Lösungsmittelgemisches; dieser Effekt ist verantwortlich für die Abnahme der R_f-Werte. Eine Variation der Temperatur beeinflußt das Verhältnis der Fortbewegung der Kationen aber nicht die Reihenfolge der Trennung. Bei steigender Konzentration der Kationen erhöhen sich auch die R_f-Werte etwas. Die Resultate stimmen sehr gut mit den früher berichteten überein[6].

Der Verfasser dankt Herrn Dr. N. Ghatak, D. Sc., Chemical Examiner to the Government of Uttar Pradesh, für sein lebhaftes Interesse an dieser Arbeit.

Literatur.

[1] Harasawa, S.: J. chem. Soc. Japan **72**, 107, 236, 614, 660 (1951). — [2] Lacourt, A., u. Mitarb.: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **34**, 215 (1949); **36/37**, 117 (1951); vgl. diese Z. **136**, 283 (1952). — [3] Lederer, M.: Nature (London) **163**, 598 (1949). — [4] Lewis, J. A., and J. M. Griffiths: Analyst (London) **76**, 388 (1951); vgl. diese Z. **137**, 38 (1952/53). — [5] Pollard, F. H., u. Mitarb.: Nature (London) **163**, 292 (1949); vgl. diese Z. **136**, 278 (1952). — [6] Tewari, S. N.: Kolloid-Z., im Druck.

Dr. S. N. Tewari, 56, Tucker Road, Cantonment, Agra, Indien.

Aus der Landwirtschaftlichen Versuchsstation Limburgerhof
der Badischen Anilin- und Soda-Fabrik AG., Ludwigshafen a. Rh.

Die Bestimmung des Bors in borhaltigen Mineraldüngern mit der Estermethode.

Von
Hubert Roth und Wilhelm Beck.

Mit 6 Textabbildungen.

(Eingegangen am 22. Dezember 1953.)

In Spurenelemente enthaltenden Mineraldüngern oder speziellen Bordüngern, z.B. für Rüben, ist mit Bormengen zu rechnen, die zwischen 0,001 und etwa 1% liegen*. Eine *direkte* Bestimmung des Bors in Lösungen dieser Düngersalze oder in Aufschlüssen ist deshalb nicht genau durch-

* Ausgenommen borreiche Verbindungen (Borax, Bormineralien).

führbar, weil die störenden Fremd-Ionen ein Vielfaches des Bors ausmachen. Es versagen dabei nicht nur die Fällungs-, sondern auch zum Teil die maßanalytischen Methoden. In Bor-Superphosphaten ist es zwar möglich, die Phosphorsäure zuvor mit Eisen(III)-chlorid und Calciumcarbonat abzutrennen[10], ein Weg, der aber bei anderen Düngersalzen mit kleinsten Mengen dieses Mikronährstoffes nicht brauchbar ist.

Während für die direkte und damit einfachste Bestimmung des Bors in Veraschungsrückständen die Bildung gefärbter Borsäurekomplexverbindungen noch am aussichtsreichsten schien, zeigte es sich sehr bald, wie auch von anderen Seiten festgestellt wurde, daß verschiedene Ionen (Fe^{3+}, Al^{3+}, F^- u.a.m.) die Farbstoffbildung beeinflussen und dadurch die universelle Anwendung auch dieser Verfahren stark einschränken. Bei diesen colorimetrischen Verfahren handelt es sich um die Messung von gefärbten Komplexverbindungen, die Curcumin*[2], Carmin[12], Chinalizarin[11], Chromotrop 2 B[3] und „Anthrimid" (Di-[anthrachinonyl-(1)]-amin)[5] mit Borsäure bilden.

Alle genannten Störungen durch Fremd-Ionen gelingt es erst dann auszuschalten, wenn man die Borsäure der Düngersalze in saurer Lösung in den Borsäuremethylester [$B(OCH_3)_3$] überführt und diesen im Methanoldampf[7] unter Bedingungen abdestilliert, die jedes Übergehen von störenden Begleitstoffen verhindern. Die Veresterung der Borsäure soll ferner quantitativ und rasch erfolgen, damit nur *eine* Destillation nötig ist. Der Borsäuremethylester wird schließlich in bekannter Weise mit Alkali verseift und das Borat zur maßanalytischen oder colorimetrischen Bestimmung des Bors benutzt.

Um eine absolut störungsfreie Methode verfügbar zu haben, wurde vor allem der Einfluß des zur Lösung der Salze notwendigen Wassers auf die Bildung des Borsäuremethylesters und die eventuelle hydrolytische Spaltung des bereits gebildeten Esters durch das anwesende Wasser darum einer eingehenden Prüfung unterzogen, weil unseres Wissens diese Frage im Schrifttum noch nicht eingehend berücksichtigt worden ist. Gegenüber der Estermethode besteht mit Recht eine gewisse Zurückhaltung, und zwar deshalb, weil z.B. wiederholtes Abdestillieren des Borsäuremethylesters oder Einengen der Lösung bis zum Auftreten von SO_3-Schwaden oder Dimethylätherdämpfen vorgeschlagen wird[9].

Wie Abb. 1 (S. 406) zeigt, gehen kleinste Mengen Borsäure (selbst noch Milligramme) aus einem Gemisch von 45 ml Methanol, 4 ml Schwefelsäure (D 1,84) und bis zu 4 ml Wasserzugabe mit den Methanoldämpfen als Borsäuremethylester bereits mit 50 ml Destillat quantitativ über**.

* Di-Feruloylmethan, der Farbstoff der Curcumawurzel. Der im Handel erhältliche Azofarbstoff Curcumin ist nicht brauchbar.

** Berger, K., C.u.E. Truog[1] verwenden Phosphorsäure und binden das Wasser durch Zugabe von Phosphorpentoxyd.

Der weitere Kurvenverlauf zeigt jedoch, daß entsprechend der Verdünnung des Methanol-Schwefelsäuregemisches die Borsäuremethylesterausbeuten infolge teilweiser hydrolytischer Spaltung des Esters* abnehmen. Da während des Destillierens unter Einleiten von Methanoldampf das Volumen des Methanol-Schwefelsäure-Wassergemisches praktisch unverändert bleibt, kann durch Nachdestillationen aus diesen Lösungen der theoretische Borgehalt nur annähernd erreicht werden (vgl. Abb. 1, 1. Nachdestillation = x; 2. Nachdestillation = o).

Überträgt man diese Arbeitsbedingungen auf die Praxis, um z. B. in einem borhaltigen Volldünger „Nitrophoska" das Bor zu bestimmen, so

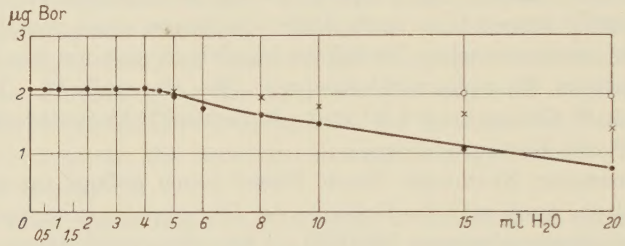


Abb. 1. Einfluß der Wasserzugabe auf das quantitative Übergehen des Borsäuremethylesters in 50 ml Methanoldampfdestillat aus einem Gemisch: 4 ml konz. Schwefelsäure und 45 ml Methanol. × = 1., o = 2. Nachdestillation mit je 50 ml.

zeigen die in den Abb. 2 und 3 gebrachten Versuche, daß hierbei sogar bei einer Zugabe bis 5 ml Wasser der Borsäuremethylester mit 50 ml Destillat quantitativ übergeht**.

Des weiteren haben wir noch, da nach H. Funk und H. Winter[6] in Gegenwart von Al-, Cr- und Fe-Salzen das Überdestillieren des Borsäuremethylesters nicht quantitativ verläuft, größere Mengen solcher Salze den Düngemitteln zugemischt. Alle Zusatzversuche zeigten, daß bei unserer Versuchsdurchführung keine Störungen auftreten.

Nach Prüfung einiger der vorher genannten, gefärbte Borsäurekomplexe bildenden Verbindungen auf ihre Brauchbarkeit zur colorimetrischen Borbestimmung, entschieden wir uns für das „Anthrimid", das wegen seiner großen Empfindlichkeit außer zur Bestimmung von Bordüngersalzen auch für Arbeiten mit pflanzlichem Material und Böden gut geeignet ist. Das Anthrimidreagens (vgl. S. 410) ist von schwach gelbgrüner Eigenfarbe und bildet mit der Borsäure eine blaue, in Schwefelsäure lösliche Komplexverbindung. Unter den nachstehend beschriebenen Arbeitsbedingungen folgen die Färbungen streng dem Lambert-

* Dies wurde erwiesen durch Zusatzversuche mit Borsäuremethylester, der Methanol-Schwefelsäuregemischen verschiedenen Wassergehaltes zugegeben wurde.

** Es wird, wie später noch ausgeführt wird, nicht der Mineraldünger, sondern dessen Glührückstand benutzt.

BEERschen Gesetz. Zufolge der hohen Empfindlichkeit kann noch 1 μg Bor auf $\pm 5\%$ genau bestimmt werden.

Schließlich haben wir noch die günstigsten Bedingungen für die Farbstoffbildung des Borsäure-Anthrimidkomplexes geprüft und fanden in Übereinstimmung mit den Literaturangaben[5, 8], daß 3 Std langes Erwärmen auf 90° C in konzentrierter Schwefelsäure (D 1,84) zu reinen und konstanten Färbungen führt, deren Absorptionsmaximum bei 630 mμ

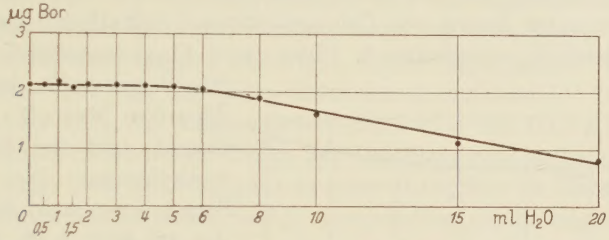


Abb. 2. Einfluß der Wasserzugabe auf das quantitative Übergehen des Borsäuremethylesters in 50 ml Methanoldampfdestillat aus einem Gemisch: 4 ml konz. Schwefelsäure und 45 ml Methanol mit weniger als 1 g Volldünger (Glührückstand).

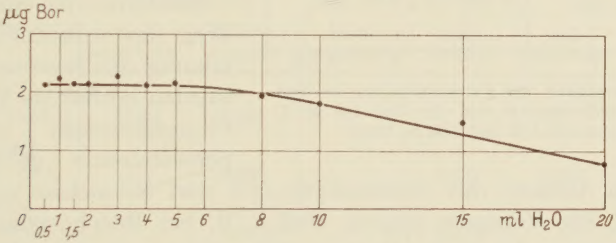


Abb. 3. Einfluß der Wasserzugabe auf das quantitative Übergehen des Borsäuremethylesters in 50 ml Methanoldampfdestillat aus einem Gemisch: 4 ml konz. Schwefelsäure und 45 ml Methanol mit mehr als 1 g Volldünger (Glührückstand).

liegt. Bei längerem Erwärmen oder höherer Temperatur ist ein schwaches Ansteigen der Extinktionswerte festzustellen (Abb. 4, S. 408), das aber auf teilweiser Zersetzung der Komplexverbindung beruht, wobei neben der zuvor klaren blauen Farbe eine etwas schmutzig bräunliche Verfärbung auftritt*.

Nachdem nun die Voraussetzungen für eine brauchbare Methode gegeben waren, wurde geprüft, ob und inwieweit die Bor-Anthrimidfärbung beeinflußt wird, wenn beim Abdestillieren des Borsäuremethylesters aus schwefelsauren Mineraldüngerlösungen gleichzeitig flüchtige Stoffe in die Vorlage übergehen.

* Über den Einfluß des Wassers auf die Farbstärke, der bei unserer Arbeitsweise keine Rolle spielt, weil nur Schwefelsäure konstanten Wassergehaltes verwendet wird, siehe W. OTTING[9].

Es zeigte sich, daß neben Stickstoffoxyden Fluorwasserstoff (gegebenenfalls Kieselfluorwasserstoff) und in größeren Mengen Chlorwasserstoff die Borsäure-Anthrimidfärbungen beeinflussen. Vor allem wird die Bestimmung durch Chlor gestört, das in schwefelsaurer Lösung aus gleichzeitig Nitrate enthaltenden Düngersalzen infolge Oxydation des Chlorids durch das Nitrat (Nitrit) entsteht. In der alkalischen Vorlage bildet nämlich das Chlor Hypochlorit, das mit dem Anthrimid eine rote Färbung gibt. Diese Störung läßt sich durch vorheriges Glühen der nitrathaltigen Düngersalze unter Zusatz von Calciumhydroxyd (alkalisch!) bei 580 bis 600° C vollständig ausschalten*. Chlor- und Fluorwasserstoff (Kieselfluorwasserstoff), deren Siedepunkte über dem des Methanols und des Borsäuremethylesters (Sp. 69° C) liegen, kann man leicht mit der in Abb. 5 (S. 410) gebrachten Apparatur am Überdestillieren verhindern.

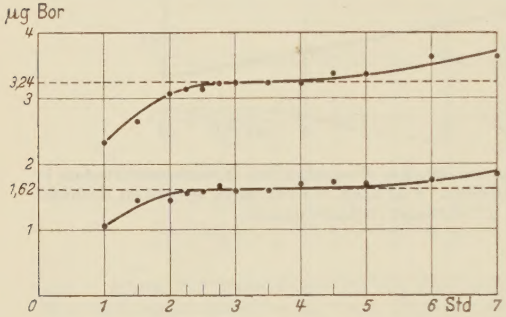


Abb. 4. Abhängigkeit der Farbentwicklung des Borsäure-Anthrimidkomplexes von der Zeit bei 90° C. (Ansätze mit 1,62 und 3,24 µg Bor.)

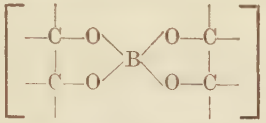
Um ferner den einfachsten Weg der vollständigen Erfassung des Bors zu finden, wurden borhaltige Voll- und Phosphatdünger nur in Schwefelsäure gelöst, wie auch nach Glühen mit Calciumhydroxyd und Schmelzen mit Soda analysiert. Die Versuche zeigten, daß z. B. bei Borphosphaten (vgl. Tab. 1) alleiniges Lösen der Probe in Schwefelsäure genügt. Wegen der bereits angeführten Störungen durch Chlor wird man Volldünger ganz allgemein zuvor mit der gleichen Menge Calciumhydroxyd gemischt glühen**. Die Sodaschmelze wird man nur in Ausnahmefällen durchführen müssen, z. B. wenn es sich um schwerlösliche Borverbindungen (Mineralien) handelt.

Da unter den bei der Ausführung beschriebenen Arbeitsbedingungen nicht nur µg-Mengen, sondern auch einige Milligramme Bor in kurzer Zeit (10 min) mit Methanol als Borsäuremethylester quantitativ überdestillieren, kann die Estermethode ebenso gut zur maßanalytischen Bestimmung des Bors benutzt werden. Dazu macht man von der be-

* In den 10 min lang geglühten Rückständen verschiedener Nitrophoskasorten konnte kein Stickstoff nachgewiesen werden. Zersetzungspunkt des Calciumnitrats: 561° C.

** Die Zugabe des Calciumhydroxyds ist bei allen Düngersalzen erforderlich, die vor oder nach dem Glühen saure Reaktion zeigen, da sonst Borverluste eintreten.

kannten Überführung der nur sehr schwach aciden Borsäure mittels Polyalkoholen in die gut titrierbaren Di-diolkomplexe[4] Gebrauch:



Aus den in Tab. 1 gebrachten Untersuchungsergebnissen ist zu ersehen, daß mit der maßanalytischen und colorimetrischen Methode gleiche Borgehalte gefunden werden; auch die Genauigkeit der beiden Verfahren ist nach unseren bisherigen Erfahrungen gleich. Man wird in der Praxis, wenn man für beide Methoden eingerichtet ist, Düngersalze mit mehr als 0,1% Bor maßanalytisch mit 0,02 n oder 0,01 n Lauge oder colorimetrisch in aliquoten Teilen des Destillats mit Anthrimid bestimmen. Für die Untersuchungsproben unter 0,1% Bor ist die colorimetrische Methode der maßanalytischen vorzuziehen, da die letzte in diesem Gebiet zu ungenau wird.

Tabelle 1. *Borgehalt in Prozenten.*

Düngersalz	Ohne Aufschluß		Nach Glühen bei 600° C		Soda-Aufschluß	
	maß-analytisch	colori-metrisch	maß-analytisch	colori-metrisch	maß-analytisch	colori-metrisch
Bor-Superphosph.(Haniel)	0,40	0,40				0,40
Bor-Röchling-phosphat . . .		0,53		0,50	0,52	0,53
Nitrophoska grau BASF . .		0,0007		0,008		
Bor-Nitrophoska (rot) BASF.			0,104	0,103		0,103
Spezialvolldüng. Hoechst			0,045	0,044		0,042
Rasorit				12,80	12,90	12,80

Experimenteller Teil.

*Der Apparat** (Abb. 5) ist aus Glas angefertigt. Nur der Reaktionskolben, in den vorübergehend alkalische Lösungen gebracht werden, besteht aus Quarz.

Die wesentlichsten Teile der Apparatur sind:

1. der Methanoldampfentwickler,
2. der Reaktionskolben mit Trichter und Thermometer,
3. der aufsteigende Kühler, dem die Aufgabe zukommt, vor dem Abdestillieren des Borsäuremethylesters bei Überhitzung des Reaktionsgemisches flüchtige saure Bestandteile der Düngersalze zurückzuhalten und aus Sodaaufschlüssen freigesetztes Kohlendioxyd ohne Borverluste hindurch zu lassen. Nach Ablassen des Wassers für die Destillation wirkt er als Luftkühler.

* Zu beziehen bei L. Hormuth, Inh. W. E. Vetter, Heidelberg, Bluntschlistr. 4.

4. der Schlangenkühler zur Kondensation der Methanol-Borsäuremethylesterdämpfe.

Reagenzien:

Methanol, 99—100%ig.

Schwefelsäure (D 1,84) Merck (p.a.). Da nicht alle Sendungen borfrei sind, werden sie in einem Blindversuch geprüft. Aus nicht einwandfreier Schwefelsäure läßt sich das Bor unter den bei der Ausführung der Bestimmung beschriebenen Bedingungen entfernen. Anschließend werden Methanol und Wasser abdestilliert.

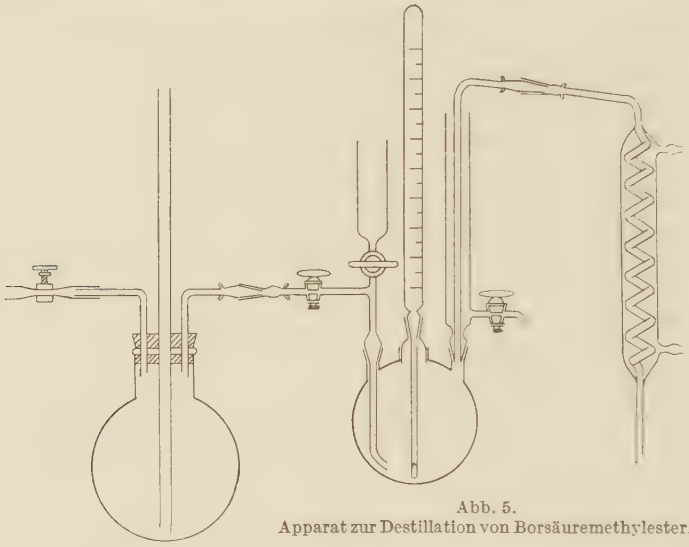


Abb. 5.
Apparat zur Destillation von Borsäuremethylester.

0,5 n Natronlauge. Der geringe Borgehalt des Natriumhydroxyds beeinflußt die maßanalytische Bestimmung nicht.

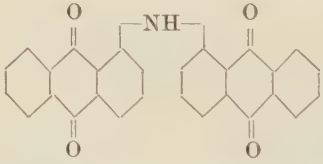
0,02 n und 0,01 n Natronlauge (kohlendioxydfrei).

0,1 n Calciumhydroxydsuspension aus Calciumhydroxyd, Merck (p.a.). Es enthält kein Bor.

Phenolphthaleinlösung (0,1%ige methanolische Lösung).

Bromkresolpurpurlösung (0,1%ige methanolische Lösung).

Anthrimid-Stammlösung. Bereitet durch Lösen von 100 mg Di-[anthrachinonyl-(1)]-amin*



in 25 ml Schwefelsäure (D 1,84).

Anthrimid-Gebrauchslösung. Wird durch Verdünnen der Stammlösung mit 20 Vol. Teilen Schwefelsäure (D 1,84) bereitet.

* Herstellung nach A. Eckert und K. Steiner, Mh. Chem. **35**, 1129 (1940); vgl. auch W. Otting[9]. Die Firma E. Merck, Darmstadt, ist bereit, Anfragen wegen Bezuges von Anthrimid zu bearbeiten.

1. Beispiel für die maßanalytische Bestimmung des Bors in Phosphat- und Volldüngern, die etwa 0,1% und mehr Bor enthalten.

Von der in einer Achatreibschale gut pulverisierten Probe werden 1–2 g des Phosphorsäuredüngers in den Reaktionskolben eingewogen und mit 4 ml Wasser und 45 ml Methanol versetzt. Zur Analyse der Volldünger wird die gewogene Probe (1—2 g) in einer Platinschale mit der gleichen Menge Calciumhydroxyd vermischt und im Muffelofen bei 600° C 30 min erhitzt*. Den Glührückstand spült man nach dem Erkalten mit 4 ml Wasser und 45 ml Methanol in den Reaktionskolben der Apparatur. Bei geschlossenem Hahn des Verbindungsstückes, das zum Methanoldampfentwickler führt, nach Einbringen von Kühlwasser in den aufsteigenden Kühler und nach Einsetzen des Thermometers und des Einfülltrichters läßt man durch diesen 4 ml Schwefelsäure (D 1,84) vorsichtig zutropfen. Um Überhitzen an der Eintropfstelle der Schwefelsäure zu vermeiden, wird der Kolben gleichzeitig schwach geschüttelt. Steigt dabei die Temperatur über 50° C an, so unterbricht man die Zugabe der Schwefelsäure und läßt erst weitere zutropfen, sobald sich die Lösung etwas abgekühlt hat. Nun bringt man einen Meßkolben von 50 ml Inhalt, in dem sich 10 ml 0,5 n Natronlauge zur Verseifung des Borsäuremethylesters befinden, unter den Schlangenkühler und fügt noch 2–3 Tropfen Phenolphthaleinlösung hinzu. Sodann beginnt man mit dem Einleiten des Methanoldampfes und läßt das Kühlwasser aus dem aufsteigenden Kühler ab. Das Erwärmen des Heizbades des Methanoldampfentwicklers reguliert man so, daß aus dem Kühler das Borsäuremethylester-Methanolgemisch in rascher Tropfenfolge austritt. Dabei darf die Temperatur nicht über 75° C ansteigen. Das Kühlerende in die Vorlage eintauchen zu lassen, ist nicht nötig. Während des Destillierens schwenkt man den Vorlagekolben gelegentlich um. Wenn der Meßkolben nach etwa 10 min bis nahe an die Marke gefüllt ist, entfernt man ihn und ergänzt mit Methanol nach Erreichung der Eichtemperatur**.

Zur Titration verwendet man im allgemeinen das ganze Destillat. Man spült es in 2 Partien in einen 100 ml-ERLENMEYER-Quarzkolben über und dampft das Methanol in einem kochenden Wasserbad unter Aufblasen von gereinigter Luft vollständig ab. Nach Zugabe von 5—10 ml Wasser titriert man zuerst die Lauge bis zum Neutralpunkt mit 0,5 n Salzsäure zurück, säuert dann, um das Kohlendioxyd auszutreiben, mit etwa 0,3 ml 0,5 n Salzsäure an, kocht 30 sec auf und neutralisiert die noch heiße Lösung mit der 0,02 n oder 0,01 n Natronlauge *sehr genau*. Zur Bestimmung der Borsäure wird, nachdem man mittels eines Stopfens ein Natronkalkrohr auf den noch heißen Titrierkolben aufgesetzt hat, die Lösung unter fließendem Wasser abgekühlt und dann mit 3 ml einer kalt gesättigten Mannitlösung versetzt. Nach 3 min Stehen (unter CO_2-Ausschluß), wobei man öfter umschüttelt, werden 4 Tropfen des Bromkresolpurpurindicators zugegeben und mit der 0,01 n bzw. 0,02 n Lauge auf rötlichvioletten Farbumschlag titriert.

Es sei bemerkt, daß es auch möglich ist, nur mit Phenolphthalein zu titrieren, wozu eine ganz geringe Korrektur nötig ist, die man für die Versuchsbedingungen mit einer bekannten Borsäurelösung ermittelt.

1 ml 0,01 n NaOH-Lösung entspricht 0,1082 mg Bor.

* Man kann auch das Gemisch zwecks gleichmäßiger Alkalisierung der Probe mit etwas Wasser befeuchten, das Wasser bei 105° C abdunsten und die Probe anschließend glühen. Diese Sicherheitsmaßnahme hat sich in weiteren Versuchen als nicht nötig erwiesen. Sie sei aber für den Bedarfsfall erwähnt.

** Das Auffüllen zur Marke ist nur nötig, wenn das Bor in aliquoten Teilen des Destillats bestimmt werden soll.

Für die Analyse borreicher Proben (Bormineralien, Borkonzentrate) wird man, wenn es die Durchschnittsprobe erlaubt, die Einwaage kleiner wählen oder, was meist zweckmäßiger ist, stärkere Lauge (1 n) vorlegen, 100 ml Destillat auffangen und davon aliquote Teile zur Titration entnehmen. Bormineralien schließt man am besten mit Soda auf.

2. Beispiel zur colorimetrischen Bestimmung mit „Anthrimid".

Um das Bor in Phosphatdüngern sowie damit hergestellten Volldüngern mit nur einigen mg% Bor oder in Düngern, die diesen Mikronährstoff in kleinen Mengen (unter 0,1%) zugemischt enthalten, genau zu bestimmen, wird man die colorimetrische Methode heranziehen, da in diesem Bereich die Titration auch mit größeren Probemengen wegen des geringen Laugeverbrauchs zu ungenau wird.

Bei derartigen Untersuchungen werden die Proben wie bei der maßanalytischen Methode behandelt und der Borsäuremethylester aus der Apparatur in gleicher Weise abdestilliert. Da die Extinktionsablesungen im Photometer nur in einem bestimmten Bereich genau möglich sind, die bei unserer Ausführung zwischen 0,5 und 5 μg Bor liegen, hat man darauf beim Einwägen der Probe oder besser dadurch, daß man nur aliquote Teile des Destillates zur Farbreaktion benutzt, Rücksicht zu nehmen. Man wird z. B. bei Einwaagen von 1 g Probe, deren Borgehalt über 0,01% liegt, das Destillat (50 ml) in einem Meßkolben von 100 ml Inhalt auffangen und mit Methanol ergänzen. Für die Farbreaktion werden davon entsprechende Volumina entnommen. Zur Verseifung des Borsäuremethylesters benutzen wir hier als Vorlage 10 ml 0,1 n Calciumhydroxydsuspension, da dieses Reagens beim Konzentrieren des Destillats, das mitunter bei sehr borarmen Proben nötig ist, die Anthrimidreaktion nicht beeinflußt, während größere Mengen Kalium- und Natriumsulfat den Bor-Anthrimidkomplex aufhellen, weshalb zu niedrige Borgehalte bestimmt werden. Zum Unterschied von der maßanalytischen Bestimmung wird kein Indicator in die Vorlage gebracht. Man prüft zur Sicherheit am Schluß der Destillation mit Indicatorpapier, ob die Vorlage noch alkalisch ist; sonst wird noch etwas festes Calciumhydroxyd zugegeben*. Für die Anthrimidreaktion entnimmt man nun dem Vorlagekolben die entsprechende Menge (2, 3, 5 oder 10 ml Lösung**) und bringt sie in ein Quarzreagensglas von 15—20 ml Inhalt. Unter Aufblasen von gereinigter Luft wird in einem Wasserbad zuerst das Methanol und dann das Wasser bis zur Trockene abgedunstet. Sodann löst man den Bodensatz mit 2 ml konz. Schwefelsäure, indem man diese unter Drehen des Reagensglases längs der Wandung einfließen läßt, fügt noch 5 ml des Anthrimidreagenses dazu und mischt den Inhalt des Reagensglases am einfachsten durch Einblasen von Luft (mit dem Munde) aus einer zu einer feinen Spitze ausgezogenen Capillare durch.

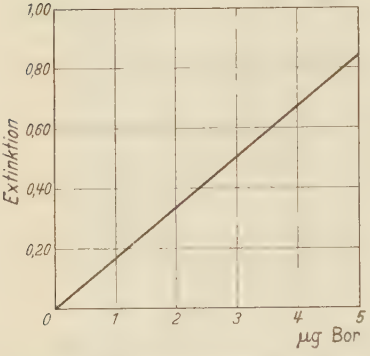


Abb. 6. Extinktionskurve der Borsäure-Anthrimidfärbung bezogen auf: 10 ml Farblösung, 1 cm-Küvette, Filter S 61.

* Das wird nur äußerst selten der Fall sein, z. B. wenn man aus einem Sodaaufschluß das Kohlendioxyd zuvor unvollständig ausgetrieben hat.

** Versuche haben gezeigt, daß das Calciumtetraborat CaB_4O_7 in der Vorlage gelöst vorliegt und vom überschüssigen Calciumhydroxyd nicht adsorbiert wird. Für die Probeentnahme ist es folglich belanglos, ob die Vorlagelösung trübe oder nach Abscheidung des Calciumhydroxyds klar geworden ist.

Zur Farbentwicklung wird das Reagensglas genau 3 Std in einen Trockenschrank von 90° C gebracht und nach dem Abkühlen in ein Meßkölbchen von 10 ml Inhalt mit konz. Schwefelsäure übergespült und mit dieser bis zur Marke ergänzt.

Als Vergleichs- oder „Null"-Lösung*, gegen die die Ablesung im Zeiss'schen Pulfrich-Photometer oder in einem lichtelektrischen Colorimeter vorgenommen wird, benutzt man eine Lösung aus 5 ml Anthrimidreagens und 2 ml konz. Schwefelsäure, die gleich der Versuchslösung behandelt wird. Die Messung erfolgt im allgemeinen in 1cm-Küvetten unter Verwendung des Filters S 61.

Für die Berechnung des Borgehaltes der Probe entnimmt man der Eichkurve (Abb. 6) die der abgelesenen Extinktion entsprechenden Mengen Bor.

Zusammenfassung.

Auf Grund der Tatsache, daß kleine (mg) und kleinste (μg) Mengen Bor in Mineraldüngersalzlösungen infolge Störungen durch Fremd-Ionen weder gravimetrisch noch maßanalytisch noch colorimetrisch direkt hinreichend genau bestimmt werden können, wurden eingehende Versuche zur Bestimmung des Bors über den Borsäuremethylester durchgeführt. Es gelang, ein einfaches und zuverlässiges Verfahren zu entwickeln, bei dem aus der in Abb. 5 (vgl. S. 410) gebrachten Apparatur kleine und kleinste Mengen Borsäuremethylester ohne störende Begleitstoffe mit *einer Destillation* in 10 min quantitativ mit Methanoldampf übergehen. Nach Verseifung des Esters wird die Borsäure entsprechend der Menge maßanalytisch nach Überführung in die Di-diolverbindung oder colorimetrisch mit „Anthrimid" (Di-[anthrachinonyl-(1)]-amin) bestimmt. Mit letzterer Reaktion läßt sich noch 1 μg Bor in 10 ml Lösung genau bestimmen. Das colorimetrische Verfahren ist besonders geeignet zur Bestimmung des Bors in Pflanzen und Böden, worüber demnächst berichtet wird.

Im praktischen Teil werden Beispiele zur Bor-Analyse von Voll- und Phosphorsäuredüngern gebracht. Dort wird auch auf die erforderliche vorherige Entfernung oxydierender Verbindungen (Nitrate) in chlorhaltigen Mineraldüngern hingewiesen. Die Genauigkeit der Anthrimidmethode (in dem Mikrogramm-Bereich) ist aus den Abb. 1—4 zu ersehen; sie steht derjenigen der mikromaßanalytischen Ausführung nicht nach.

Literatur.

[1] Berger, K., C. und E. Truog: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **11**, 540 (1939). — [2] Bertrand, G., und H. Agulhon: C. R. Acad. Sci. (Paris) **155**, 248 (1912). — Naftel, J. A.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **11**, 407 (1939); vgl. diese Z. **123**, 378 (1942). — Michel, F.: Mikrochem.verein. Mikrochim. Acta (Wien) **29**, 63 (1941). — [3] Bichotta, G.: Z. Pflanzenernähr., Düng., Bodenkunde **54**, 146 (1951). — [4] Boeseken, J., N. Vermaas und A. T. Küchlin: Recueil Trav. chim. Pays-Bas (Amsterdam) **49**, 711 (1930). — Schäfer, H.: Z. anorg. allg. Chem. **247**, 96 (1941). —

* Wegen der geringen Eigenfarbe des Anthrimidreagenses.

[5] Ellis, H., E. G. Zook und O. Baudisch: Analyt. Chemistry **21**, 1345 (1949); vgl. diese Z. **131**, 370 (1950). — [6] Funk, H., und H. Winter: Z. anorg. allg. Chem. **112**, 237 (1923). — [7] Kelly, M. W.: Analyt. Chemistry **23**, 1335 (1951); vgl. diese Z. **137**, 143 (1952/53). — [8] Otting, W.: Z. Pflanzenernähr., Düng., Bodenkunde **55**, 235 (1951). — [9] Otting, W.: Angew. Chem. **64**, 670 (1952); vgl. diese Z. **140**, 223 (1953/54). — [10] von Pohlheim, P.: Diese Z. **137**, 8 (1952/53). — [11] Scharrer, K.: Diese Z. **128**, 437 (1948). — [12] Zorkin, C.: Ž. prikl. Chim. **9**, 1505 (1906) [russisch]. — Hatcher, W. H., und L. J. Wilcox: Analyt. Chemistry **22**, 567 (1950); vgl. diese Z. **134**, 60 (1951/52).

Dr. H. Roth, Ludwigshafen a. Rhein,
Landwirtschaftliche Versuchsstation Limburgerhof der BASF.

Aus der Landwirtschaftlichen Versuchsstation Limburgerhof
der Badischen Anilin- & Soda-Fabrik AG., Ludwigshafen am Rhein.

Bestimmung des Bors in Pflanzen und Böden mit der Estermethode.

Von
Hubert Roth und Wilhelm Beck.

(Eingegangen am 16. Januar 1954.)

Bei dem in der vorhergehenden Mitteilung[1] beschriebenen Verfahren zur Borbestimmung in borhaltigen Mineraldüngern mit Hilfe der Estermethode kann für borreiche Düngersalze neben der colorimetrischen „Anthrimid-Reaktion" auch die maßanalytische Bestimmung Anwendung finden. Völlig anders liegen die Verhältnisse bei Boranalysen in Pflanzen, Teilen davon und Böden mit wesentlich geringeren Borgehalten (im allgemeinen unter 500 p.p.m.). Es scheidet hierbei auch die mikromaßanalytische Bestimmung der Borsäure wegen der dafür erforderlichen großen Ausgangsmenge und der zu geringen Genauigkeit in diesem Bereich aus. Nach unseren Erfahrungen kommen von den chemischen nur die empfindlichen colorimetrischen Methoden in Betracht, unter denen wir, wie bereits mitgeteilt wurde[4], der blauen Anthrimid-Borsäurefärbung den Vorzug geben.

Ergänzend zu unserer genannten Arbeit über die Analyse borhaltiger Mineraldünger sollen hier nur die für die Untersuchung von Pflanzen und Böden notwendigen Abänderungen des Aufschlusses der Proben und des Analysenganges behandelt werden.

1. Bestimmung in Pflanzenmaterial.

Auf Grund der in den meisten Lehrbüchern[1] zu findenden Angaben, daß Borsäure mit Wasserdampf flüchtig ist, trockneten wir in der ersten Zeit das Pflanzenmaterial bei 45—50° C im Vakuum. Seit wir bei Wasserdampfdestillationen (unter Atmosphärendruck) wäßriger und schwach

schwefelsaurer Borsäurelösungen feststellen konnten, daß nicht einmal geringe Spuren Borsäure in den Destillaten nachweisbar sind und sowohl in frischen als auch bei 80° C getrockneten Pflanzen gleiche Bormengen gefunden werden, erübrigt sich die Vakuumtrocknung von Pflanzen. Diese Versuche hier mitzuteilen, halten wir für notwendig, weil sie zeigen, daß das Pflanzengut für Boruntersuchungen ohne Bedenken bei 80° C getrocknet werden kann und die Angaben der Literatur über die Flüchtigkeit der Borsäure folglich auf hochgespannten Wasserdampf einzuschränken wären.

Ausführung.

Die hohe Empfindlichkeit der Anthrimidreaktion ermöglicht es, z. B. für Untersuchungen von Pflanzenteilen mit der Einwaage so weit herunterzugehen, daß noch 1—2 μg Bor zur Bestimmung kommen.

Handelt es sich darum, Bor-Durchschnittswerte von ganzen Pflanzen, z. B. in Düngungsreihen zu erhalten, wird man wegen der einheitlichen Probeentnahme mit größeren Mengen (1—2 g) arbeiten und dann in Teilen des Methanol-Borsäuremethylesterdestillates das Bor bzw. die Borsäure bestimmen.

Um beim Veraschen Borverluste zu vermeiden, werden 1—2 g trockene oder die entsprechende Menge frische zerkleinerte Pflanzenprobe in einer Platinschale mit 10—20 ml 0,1 n Calciumhydroxydsuspension zwecks Alkalisierung der Probe über Nacht stehen gelassen. Bei kleineren Substanzproben wird man die Zugabe des Calciumhydroxyds entsprechend verringern. Nach Abdunsten des Wassers auf einem Wasserbad wird die Probe über einem Pilzbrenner vorsichtig vorverascht und anschließend in einem Muffelofen bei 600° C 10 min lang geglüht. Die weitere Analyse wird gleich, wie für borhaltige Volldünger beschrieben wurde[4], durchgeführt.

In den nachstehend angeführten Tabellen werden einige Beispiele über die Brauchbarkeit der Methode für Bor-Bilanzversuche an ganzen Pflanzen (Luzerne) und in Pflanzenteilen (Rebstock, Raps) gebracht.

Tabelle 1. *Gefäßversuch. Luzerne, 3. Schnitt*.*

Boden	pH des Bodens	Ertrag g Frischsubstanz	% Trockensubstanz	p. p. m. Bor in Tr.-Sub.	mg Bor-Aufnahme je Gefäß
Limburgerhof	7,60	43,35	24,57	13,4	0,143
Kohlhof	4,30	46,03	20,86	38,0	0,365

Aus Tab. 1 ist zu ersehen, daß die auf schwach humosen Sandböden gewachsene Luzerne bei praktisch gleichem Ertrag aus dem sauren Boden 2,6 mal mehr Bor aufnimmt als aus dem schwach alkalischen, obgleich sich die Böden im Gesamtborgehalt kaum unterscheiden (vgl. Tab. 4, S. 417).

Aus Tab. 2 (S. 416) geht hervor, daß von der von der Weinrebe im Stadium der Reife aufgenommenen Bormenge die Trauben weit mehr (36,1%) enthalten als alle anderen untersuchten Partien (1,4—24,5%)[3]. Dieser

* Für die Durchführung des Gefäßversuches danken wir Herrn Dr. Pfaff bestens.

Befund steht im Einklang mit früheren Untersuchungen, nach denen die Pflanze das Bor bzw. die Borsäure vorwiegend in jene Organe leitet, die für den Ablauf des generativen Wachstums[5] und des Befruchtungsvorgangs[2] von Bedeutung sind.

Tabelle 2. *Borgehalt der Teile eines Rebstockes einschließlich Trauben und die prozentuale Verteilung des aufgenommenen Bors in der erntereifen Pflanze.*

Pflanzenteile	p. p. m. Bor i. d. Tr. S.	Prozentuale Verteilung
Wurzel	12,0	8,8
Altholz	10,5	9,4
Jungholz	20,2	19,8
Blätter	31,0	24,5
Trauben	18,5	36,1
Traubenstiele	18,5	1,4
		100,0

Tab. 3 läßt für verschiedene Teile der Rapspflanze im Vorblütenstadium bereits dieselbe Tendenz erkennen: Das Gebiet um den Vegetationspunkt besitzt den höchsten (das oberste Blatt den zweithöchsten) Bor*gehalt*. In der prozentualen Verteilung kann dieser — wegen des sehr geringen Anteils des der Blütenbildung zustrebenden Vegetationspunkt-

Tabelle 3. *Borgehalte der einzelnen Teile einer Rapspflanze (vor der Blüte) und die Verteilung des aufgenommenen Bors in der Pflanze.*

Pflanzenteile	p. p. m. Bor i. d. Tr. S.	Prozentuale Verteilung
Wachstumszentrum	14,7	8,24
1. Blatt von oben	10,0	6,01
2. „ „ „	3,5	2,79
3. „ „ „	2,9	3,77
4. „ „ „	2,6	3,35
5. „ „ „	2,3	3,49
6. „ „ „	2,3	4,61
Stengel und Blattstiele	5,6	54,19
Wurzel	5,3	13,55
		100,00

bezirks an der Gesamtmasse — allerdings noch nicht zum Ausdruck kommen; zur Zeit der Reife, d. h. bei dem in diesem Stadium wesentlich höheren Anteil der generativen Partien, dürften aber ähnliche Verteilungsverhältnisse wie bei der Weinrebe vorliegen.

2. Bestimmung des Gesamt-Bors in Böden.

Durch den für Böden erforderlichen Sodaaufschluß mußte die für borhaltige Mineraldünger und Pflanzen beschriebene Ausführung[4] im ersten Teil abgeändert werden. Um den dort für die Veresterung angegebenen

Grenzwert von 4 ml Wasser nicht zu überschreiten, konnten hier bei Verwendung von 0,5 g Boden nur Anteile der wäßrigen Bodenaufschlußlösung (10 ml) weiter verarbeitet werden*. Das ist aber bei allen Böden nicht möglich, weil beim Aufnehmen der Schmelzen mit Wasser bei einigen Böden Fällungen (Carbonate, Hydroxyde) entstehen, die ein genaues Entnehmen von aliquoten Teilen unmöglich machen.

Wir fanden, daß die Veresterung der Borsäure und die Destillation des Borsäuremethylesters noch mit einer Wasserzugabe bis zu 10 ml quantitativ verläuft, wenn der Schwefelsäurezusatz gleichzeitig auf 20 ml erhöht wird. Auf das Überdestillieren des Borsäuremethylesters ist innerhalb bestimmter Grenzen die Methanolmenge ohne Einfluß. Die bereits für die Analyse borhaltiger Dünger beschriebene Apparatur kann ohne Abänderung zur Bestimmung des Bors in Böden verwendet werden.

Tabelle 4. *Gesamt-Borgehalt einiger Böden.*

Herkunft	Bodenart	p_H	p. p. m. Bor
Limburgerhof	Rheinschwemmsand, schwach humos	7,60	41
Kohlhof	Rheinschwemmsand, schwach humos	4,20	39
Oldenburg	Humoser Sand	4,00	25
Kiel	Humoser Sand	6,10	19
Lentföhrden	Humoser Sand	7,30	36
Merzalben	Lehmiger Buntsandstein	4,20	48
Bamberg	Lehmiger Sand	6,10	24
Löhlbach	Sandiger Lehm	3,95	49
Gundersheim	Kalkhaltiger Lehm	8,00	53
München-Gartelshausen	Lehm	7,40	57
Rotschwaige	Kalkreicher Niederungsmoorboden	6,90	31

Ausführung.

Von dem durch ein 2 mm-Sieb abgetrennten lufttrockenen Boden werden nach feinem Zerreiben in einer Achatschale 0,5 g in einen Platintiegel eingewogen, mit 1 g wasser- und borfreier Soda gemischt und mit weiteren 0,5 g Soda überschichtet. Der in den kalten Muffelofen eingebrachte Tiegel wird allmählich bis auf 875° C erhitzt und $^1/_2$ Std bei dieser Temperatur belassen. Nach dem Erkalten werden auf die klare Schmelze in den Tiegel 3 ml Wasser gebracht. Beim Erhitzen des Platintiegels mit einer Spar-(Mikro-)flamme hebt sich in den meisten Fällen der Schmelzkuchen vom Tiegelboden ab. Unter Zuhilfenahme eines Quarzstabes bringt man zuerst die Schmelze in den Reaktionskolben und spült dann noch den im Tiegel verbliebenen Rest der Schmelze mit 7 ml Wasser nach. Sodann wird der Reaktionskolben über einer kleinen Flamme erwärmt, um die Bruchstücke des Schmelzkuchens so weit wie möglich zu lösen. Je nach Bodenart entsteht dabei eine mehr oder weniger trübe Lösung. Gelegentlich festzustellende kleine feste Teilchen lösen sich später beim Ansäuern mit Schwefelsäure. Nun kühlt man den Kolben auf Raumtemperatur ab

* Um die nachstehend beschriebene Sodaschmelze aus dem Tiegel zu lösen, werden nämlich 8—10 ml Wasser benötigt.

und schließt ihn, ohne die Verbindung mit dem Methanoldampfentwickler herzustellen, an die Apparatur an. Nachdem man ein kaltes Wasserbad unter den Kolben gebracht hat, füllt man den Zwischenkühler mit Wasser. Um die Sodaaufschlußlösung anzusäuern und gleichzeitig das Kohlendioxyd auszutreiben, werden bei geschlossenem Hahn zum Methanoldampfentwickler aus dem Zulauftrichter unter leichtem Umschwenken vorsichtig 20 ml konz. Schwefelsäure zugegeben. Dabei soll die Temperatur nicht über 40° C ansteigen. Auf gleiche Weise bringt man 45 ml Methanol in den Kolben. Zur Entfernung des restlichen Kohlendioxyds wird anschließend von dem Methanoldampfeinleitungsrohr aus ein schwacher Luftstrom (etwa 5 Blasen je Sekunde) 3 min lang durch die Apparatur geleitet. Für die nun folgende Destillation wird der Zwischenkühler entleert, das Kühlbad unter dem Reaktionskolben entfernt und der Methanoldampfentwickler angeschlossen. Als Vorlage verwendet man hier einen Meßkolben von 100 ml Inhalt, in den 10 ml einer 0,1 n Calciumhydroxydsuspension gebracht werden. Nun wird zügig destilliert. Während der Destillation erwärmt man den Reaktionskolben mit einer Spartflamme, damit die ausgeschiedene, gallertartige Kieselsäure ständig in Bewegung bleibt und sich nicht festsetzen kann, außerdem um das Flüssigkeitsvolumen des Reaktionskolbens nicht unnütz zu erhöhen. Kurz bevor das Destillat die Marke des Meßkolbens erreicht hat, entfernt man diesen und ergänzt das Volumen nach Erlangen der Eichtemperatur mit Methanol*. Für die colorimetrische Bestimmung benutzt man 10 ml der Lösung. Man verfährt gleich, wie für borhaltige Düngemittel beschrieben wurde[4].

Zusammenfassung.

Ergänzend zu der bereits mitgeteilten Estermethode zur Bestimmung des Bors in borhaltigen Mineraldüngern werden Verfahren zur Borbestimmung in Pflanzen und Böden (Gesamt-Bor) soweit behandelt, als Änderungen in der Ausführung gegenüber der zuerst genannten Methode notwendig wurden. Damit kann nun die Estermethode für jedes beliebige Untersuchungsmaterial Anwendung finden. Sie soll unter anderem dazu benützt werden, das pflanzenverfügbare Bor chemisch zu bestimmen.

Aus Untersuchungen an einem Rebstock und einer Rapspflanze ist zu ersehen, daß das Bor bzw. die Borsäure besonders den generativen Pflanzenorganen zugeleitet wird (siehe Tab. 2 und 3).

Am Schluß werden in einer Tabelle (4) die Gesamt-Borgehalte einiger Böden gebracht. Diese Werte ermöglichen zwar einen Einblick in die Borreserven der Böden, berechtigen aber bekanntlich nicht, Angaben über das den Pflanzen verfügbare Bor zu machen.

Literatur.

[1] Holleman, A., und E. Wiberg: Anorgan. Chem. 24. u. 25. Aufl., S. 346. Berlin: W. de Gruyter 1945. — [2] Kuhn, R.: Naturwissenschaften **30**, 407 (1942). — [3] Vgl. dazu Otting, W.: Z. Pflanzenernähr., Düng., Bodenkunde **55**, 235 (1951). — [4] Roth, H., u. W. Beck: Diese Z. **141**, 404 (1954). — [5] Schropp, W.: Forschungsdienst **10**, 138 (1940).

Dr. H. Roth, Ludwigshafen a. Rhein, Landw. Versuchsstation Limburgerhof.

* Prüfen, ob die Vorlage noch alkalische Reaktion zeigt, sonst etwas pulverisiertes Calciumhydroxyd einbringen, damit beim Einengen des Destillates nicht unverseifter Borsäuremethylester entweicht.

Aus dem chemischen Laboratorium der Gemeinschaftsorganisation Ruhrkohle GmbH., Essen.

Gesamtschwefelbestimmung durch reduktiven Aufschluß.

Von
Walter Radmacher und Paul Mohrhauer.

Mit 4 Textabbildungen.

(Eingegangen am 28. Dezember 1953.)

Die zur reduktiven Schwefelbestimmung in organischen und anorganischen Feststoffen vorgeschlagenen Verfahren sind nicht so zahlreich wie die Oxydationsmethoden und haben bisher auch keine allgemeine Anwendung gefunden. Immerhin fällt bei Durchsicht des Schrifttums auf, daß in den letzten Jahren in einer größeren Anzahl von Arbeiten über Reduktionsmethoden berichtet wird. Ein Anreiz für die Ausarbeitung derartiger Verfahren ist vor allem durch die genau und schnell durchzuführende Schwefelwasserstoffbestimmung gegeben. Schwierigkeiten bei der quantitativen Überführung des Schwefels in Schwefelwasserstoff oder eine zu umständliche Arbeitsweise standen meist einer Einführung im Wege.

Die verhältnismäßig größte Bedeutung unter den Reduktionsverfahren scheint das von M. Zimmermann[10] verbesserte Verfahren von K. Bürger[1] erlangt zu haben, bei welchem die zu untersuchende Substanz mit metallischem Kalium aufgeschlossen wird. Die Schmelze wird dann mit Salzsäure zersetzt, der Schwefelwasserstoff in Cadmiumsulfid übergeführt und dieses jodometrisch bestimmt. Das Verfahren ist im Lehrbuch der Mikroanalyse von F. Pregl und H. Roth[9] eingehend beschrieben. Einige dort mitgeteilte Beleganalysen weisen eine sehr gute Übereinstimmung mit den theoretischen Schwefelwerten auf. G. Kainz und A. Resch[6] stellten weitere Untersuchungen über den Reduktionsvorgang bei der Behandlung organischer Substanzen mit Kalium an. W. Kirsten und C. Carstens[7] sind jedoch der Ansicht, daß das Verfahren nicht so zuverlässig ist, wie mitunter angegeben wird, da nicht immer der gesamte Schwefel in Kaliumsulfid übergeführt werde. Die sich daraus ergebenden Minderbefunde können durch ein abgeändertes Titrationsverfahren (Oxydation des Cadmiumsulfides mit Jodat statt mit Jod) nur teilweise kompensiert werden.

Außer dem metallischen Kalium hat man von Metallen bisher das metallische Calcium (im Verein mit Oxalsäure[3] oder als Calciumhydrid[2]), das Magnesium[4] und das Zink [gemischt mit Quecksilber(II)-chlorid[8]] zur

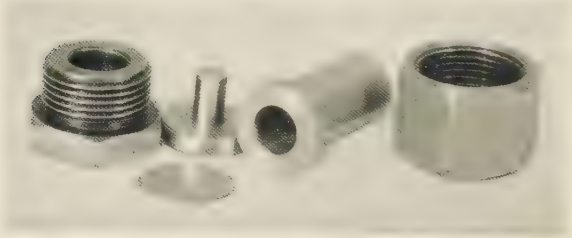
Schwefelbestimmung empfohlen. Größere Anwendung scheinen diese Verfahren nicht gefunden zu haben.

Wenn wir im folgenden die Aufmerksamkeit auf ein neues Reduktionsverfahren lenken, so geschieht dies, weil die hier beschriebene Methode bei geringem Arbeitsaufwand eine zuverlässige Schwefelbestimmung gestattet. Die Methode stellt in der angegebenen Form ein Makroverfahren dar, jedoch dürfte der Übertragung in den Halbmikro- oder Mikromaßstab nichts Grundsätzliches im Wege stehen.

Bei dem Verfahren dient *Lithium* als reduzierendes Mittel. Seine Verwendung hat gegenüber Natrium oder Kalium den Vorteil, daß eine restlose Umsetzung der Untersuchungssubstanz eintritt, da Kohlenstoff als Lithiumcarbid gebunden wird. Den Erdalkalien Magnesium und Calcium, die unter den gegebenen Bedingungen ebenfalls Carbide bilden, wurde Lithium wegen seiner relativ niedrigen Schmelz- und Reaktionstemperatur sowie seines niedrigen Atomgewichts vorgezogen.

Beschreibung des neuen Verfahrens.

Prinzip. Die Analysenprobe wird in einer dicht verschließbaren Bombe aus hitze- und säurebeständigem Stahl mit metallischem Lithium erhitzt. Organische und anorganische Verbindungen setzen sich mit dem schmelzenden Lithium um, ihre Bestandteile werden zur niedrigsten Wertigkeitsstufe reduziert. Der gesamte Schwefel setzt sich zu Lithiumsulfid um. Die Schmelze wird in einem Kolben mit Säure zersetzt und der entstehende Schwefelwasserstoff über Cadmiumsulfid jodometrisch bestimmt, oder, wie unten beschrieben, über



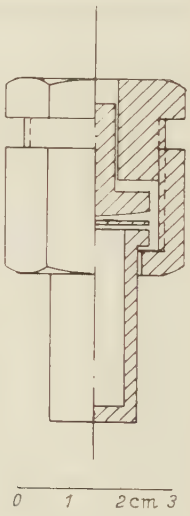


Abb. 1. Stahlbombe mit Deckel, Verschraubung und Verschlußplättchen.

Alkalisulfid mit heißer Dichromatlösung zu Schwefelsäure oxydiert. Das nichtverbrauchte Dichromat wird mit Eisen(II)-sulfatlösung ermittelt.

Aufschluß. Als Reaktionsgefäß dient eine aus zunderfestem, gegen Säure widerstandsfähigem Stahl (z. B. Sicromal 12 bzw. Thermax) bestehende Bombe mit Schraubverschluß, deren Ausmaße für Makroaufschlüsse aus Abb. 1 ersichtlich sind. Die Einwaage an Unter-

suchungssubstanz wird so bemessen, daß maximal etwa 16 mg Schwefel vorliegen. Bei festen Brennstoffen mit einem Schwefelgehalt bis etwa 4% werden zweckmäßig 400 mg Brennstoff und 800 mg Lithium eingesetzt. Schwefelreichere Stoffe werden in entsprechend kleinerer Menge eingewogen. Anorganische Stoffe, wie Asche, Schlackenwolle und Gläser, werden in einer Menge von 200 mg eingesetzt. Ein Zusatz von 500 mg Lithiumchlorid verhindert bei diesen Stoffen eine unerwünschte Erhöhung des Schmelzpunktes durch die Reaktionsprodukte Lithiumoxyd und Lithi-

Abb. 2. Elektrisch beheizter Plattenofen.

umsilicid. Zum Erhitzen der Bombe dient ein flacher, elektrisch beheizter Ofen mit einer Abdeckplatte aus keramischem Material mit Bohrungen zur Aufnahme der Bomben. Da sich bei dieser Anordnung nur der Bombenschaft in der Heizzone befindet, können Verschlußdeckel und Verschraubung aus normalem Stahl bestehen*. Der in Abb. 2 dargestellte, für Serienbestimmungen geeignete Ofen enthält eine von unten durch Kanthal-Heizelemente auf etwa 1000 C aufgeheizte Siliciumcarbidplatte, auf welche die Bomben gestellt werden. In der Abdeckplatte befinden sich Bohrungen zur Aufnahme von 9 Bomben. Nichtbesetzte Öffnungen werden zur Verringerung der Wärmeabgabe durch keramische Stopfen verschlossen. Die Stahlbomben verbleiben etwa 15 min in dem Ofen, werden dann um 180 gekippt und auf eine Unterlage aufgestoßen, so daß der Hauptteil der Schmelze gegen den Verschlußdeckel fließt. Durch diese Maßnahme werden während des Aufschlusses aus ihren Verbindungen in Freiheit gesetzte Alkalimetalle, die sich neben Lithium als

* Die erforderliche Temperatur kann auch mittels eines Bunsenbrenners erzielt werden, wenn dessen Heizzone in ein keramisches Rohr oder einen durchbohrten Normalstein verlegt ist.

besonders reaktionsfähiger Belag auf dem kühleren Bombendeckel niedergeschlagen haben, von der sich schnell abkühlenden Schmelze wieder aufgenommen. Um nicht den Verschlußdeckel zwecks Erfassung daran haftender Schmelze beim nachfolgenden Lösen des Aufschlusses mit in den Kolben der Zersetzungsapparatur geben zu müssen, wird die Bombe vor ihrem Verschließen mit einem dünnen Eisenplättchen abgedeckt, welches sich nach Abkühlen des Bombeninhaltes leicht mit einer kleinen Flachzange oder Pinzette abziehen läßt.

Lösen der Schmelze und Auffangen des Schwefelwasserstoffes.

Zur Weiterverarbeitung des Aufschlusses dient die in Abb. 3 dargestellte Apparatur. Der Zweihalskolben enthält in dem zur Aufnahme der Bombe bestimmten Ansatzrohr einen plangeschliffenen Ring als Widerlager für die Bombe. Zwischen Bombe und Ring befindet sich eine auf beiden Seiten mit Siliconfett bestrichene ringförmige Dichtungsscheibe aus Kautschuk. Die Bombe wird durch Spiralfedern dichtschließend angedrückt. Bei dieser Anordnung kommt nur die innere Oberfläche der Stahlbombe mit der Säure in Berührung. Kolben, Aufsatz und Absorptionskugelrohr sind auf einem zwischen zwei Stativstangen drehbar angeordneten rechteckigen Rahmen befestigt. Die Anordnung geht aus Abb. 4 hervor*. Sie gestattet es, die Säure aus dem Bombeninnern ausfließen zu lassen, sobald die Schmelze gelöst ist. Bei den orientierenden Versuchen wurde die Schmelze in verdünnter Salzsäure gelöst. Da Salzsäure jedoch eine merkliche Menge des Bombenmaterials löste und die Oberfläche im Innern der Bombe rissig werden ließ, wurde die Zersetzung der Schmelze mit verdünnter Phosphorsäure vorgenommen, die auch in der Wärme den Sicromalstahl nur unbedeutend angreift. Der Zersetzungssäure werden zur Entfernung etwa vorhandener oxydierender Stoffe einige Milliliter Titan(III)-chlorid- oder Chrom(II)-chloridlösung zugesetzt. Ferner werden in den Entwicklungskolben einige Zinkgranalien gegeben, um durch den freiwerdenden Wasserstoff eine bessere Austreibung des Schwefelwasserstoffes zu erzielen. Vor dem Lösen der Schmelze wird die Apparatur mit Stickstoff gespült. Sodann wird die Apparatur so gestellt, daß Säure in die Bombe fließt. Nach der Zersetzung, die nach einigen Minuten abgeschlossen ist, wird der Kolben in seine ursprüngliche Lage gebracht, sein Inhalt erwärmt und unter weiterem Durchleiten von Stickstoff 5 min lang in mäßigem Sieden gehalten. Zur Absorption des Schwefelwasserstoffes dient entweder Cadmiumacetatlösung oder Natronlauge. Auffanggefäß ist das in Abb. 3 wiedergegebene

* Es kann auch eine Anordnung gewählt werden, bei der das Absorptionsgefäß in senkrechter Lage verbleibt und nur der Zersetzungskolben um eine Befestigungsklammer als Achse gekippt wird.

Kugelrohr. Zinkacetatlösung verbürgt unter den vorliegenden Bedingungen nicht immer eine quantitative Absorption des Schwefelwasserstoffes, da das beim Lösen der Schmelze entstehende Gas die Vorlage mit relativ großer Geschwindigkeit passiert. Durch den bei dem Erhitzen der Aufschlußlösung übergehenden Wasserdampf erwärmt sich die Absorptionslösung bis zum Siedepunkt, so daß reduzierende Gase, die die nachfolgende Sulfidbestimmung beeinflussen, wie Arsen- und Phosphorwasserstoff, restlos ausgetrieben werden.

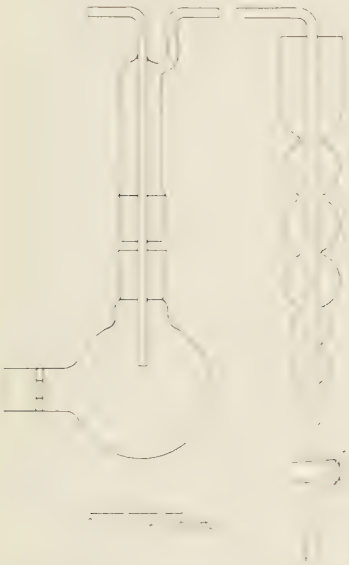


Abb. 3. Zersetzungskolben mit Aufsatz und Absorptionsgefäß.

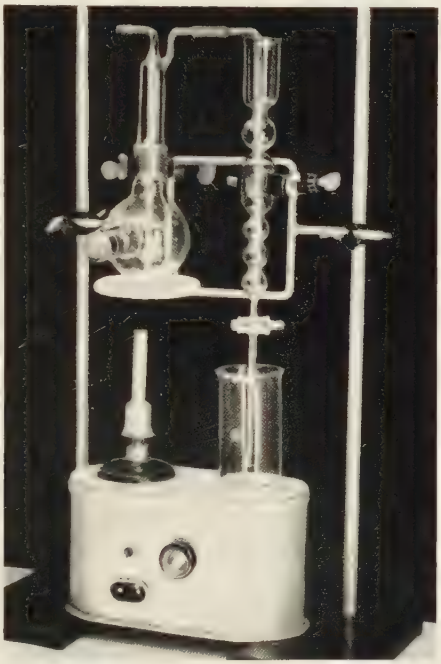


Abb. 4. Zersetzungs-Apparatur.

Sulfidbestimmung.

Das entstandene Cadmiumsulfid kann in bekannter Weise jodometrisch bestimmt werden. Bei einer Einwaage an Untersuchungssubstanz von 400 mg entsprechen 10 ml einer 0,025 n Jodlösung einem Schwefelgehalt von 1%. Da beim Arbeiten mit relativ schwachen Jodlösungen der Streubereich der Ergebnisse größer ist als mitunter angenommen wird, wurde nach einer Reaktion gesucht, die eine quantitative Oxydation von Sulfid zu Sulfat gestattet, ohne mit dem Nachteil der geringen Titerbeständigkeit der Hypochloritlösungen oder einer zu umständlichen Arbeitsweise behaftet zu sein. Es wurde gefunden, daß die zu stellenden Anforderungen von einer heißen, stark sauren Dichromatlösung in Gegenwart von Chlor-Ionen erfüllt werden. Alkalisulfid und ausgefällte Sulfide, wie Zink- und

Cadmiumsulfid, werden bei langsamem Einfließen in eine auf etwa 80° C erwärmte Dichromatlösung quantitativ zu Sulfat oxydiert. Schwefelwasserstoff wird unter entsprechenden Bedingungen nicht vollständig zu Schwefelsäure oxydiert[5]. Bei der Reaktion muß die Lösung gut durchgemischt werden, da eine örtliche Verarmung an Oxydationsmittel zu einer Ausscheidung von Schwefel führt. Das Sulfid wird zweckmäßig durch ein Capillarrohr (Bohrung etwa 1 mm) zugegeben, dessen Austrittsöffnung sich in der unteren Hälfte der oxydierenden Lösung befindet. Es ist anzunehmen, daß der katalytische Einfluß von Chlor-Ionen durch intermediär entstehendes elementares Chlor zustande kommt. Im vorliegenden Falle wird der stark schwefelsauren Dichromatlösung vor Beginn der Oxydationsreaktion Natriumchlorid zugesetzt. Hierdurch tritt eine quantitative Oxydation des Sulfids zu Sulfat ein, wogegen ein analytisch zu berücksichtigender, durch die Bildung von elementarem Chlor verursachter Verlust an Dichromat nicht entsteht. Bei der Verwendung von Natronlauge als Absorptionsmittel für Schwefelwasserstoff muß die Apparatur vor dem Lösen der Schmelze weitgehend sauerstofffrei gespült werden, um einer Oxydation von Alkalisulfid vorzubeugen*. Bei Cadmiumsulfid ist die Gefahr einer Oxydation durch Luftsauerstoff nicht gegeben. Es ist jedoch schwieriger, das Cadmiumsulfid in die Dichromatlösung einfließen zu lassen, da ein Teil an der Wandung der untersten Kugel des Absorptionsgefäßes haften bleibt und nur unvollständig in die oxydierende Lösung gespült werden kann. Wird schließlich ein Teil der Dichromatlösung in das Absorptionsgefäß gegossen, um das dort verbliebene Cadmiumsulfid zu erfassen, so besteht die Gefahr eines örtlichen Mangels an Oxydationsmittel und somit der Schwefelbildung bzw. des Entweichens von Schwefelwasserstoff. Um diese Schwierigkeiten zu umgehen, ist für die Auswertung mit Dichromatlösung starke Natronlauge als Absorptionsflüssigkeit für Schwefelwasserstoff vorzuziehen. Das überschüssige Dichromat wird anschließend mit Eisen(II)-sulfatlösung bestimmt. Der Äquivalenzpunkt wird zweckmäßig potentiometrisch ermittelt.

Arbeitsvorschrift.

Apparatur für die potentiometrische Titration. Bürette, 25 ml Inhalt mit 0,05 ml Einteilung; Röhrenvoltmeter mit Platin-Indicatorelektrode und Vergleichselektrode (Kalomelelektrode); Rührvorrichtung.

Chemikalien. Lithiummetall, möglichst schwefelfrei: Die Oberfläche des käuflichen Produktes wird mit Alkohol gereinigt, das gereinigte Metall in schwefelfreier Schutz-

* Beim Durchleiten von Luft an Stelle von reinem Stickstoff wurde bei einer Brennstoffprobe, deren Schwefelgehalt 1,81% betrug, ein Minderbefund von 0,05% S beobachtet. Diesem Ergebnis ist zu entnehmen, daß ein größerer Sauerstoffgehalt im Spülgas zwar einen gewissen Minderbefund verursacht, eine extreme Reinigung des Stickstoffes jedoch offenbar nicht erforderlich ist. Bei der Verwendung von Cadmiumacetat als Absorptionsmittel kann auch mit Kohlendioxyd gespült werden.

flüssigkeit (Ligroin) aufbewahrt. Phosphorsäure (1,05): 110 ml Phosphorsäure (1,75) im Liter. – Zink, granuliert, schwefelfrei. 5%ige Chrom(II)- oder Titan(III)-chloridlösung. Natronlauge: 250 g NaOH in 1 Liter Lösung. – 0,1 n Kaliumdichromatlösung. – Schwefelsäure (1,38). Natriumchloridlösung: 200 g NaCl in 1 Liter Lösung. – 0,1 n Eisen(II)-sulfatlösung mit 100 ml Schwefelsäure (1,84) im Liter; wird zur Vermeidung einer Oxydation durch Luftsauerstoff unter Kohlendioxyd aufbewahrt.

Ausführung der Bestimmung. Die Untersuchungssubstanz wird in einer Menge (maximal 400 mg) eingewogen, die im Höchstfalle etwa 16 mg Schwefel enthält, und in die Aufschlußbombe (Abb. 1, S. 420) übergeführt, auf deren Boden sich etwa 200 mg Lithium befinden. Sodann werden noch etwa 600 mg Lithium zugegeben und mit Hilfe eines Metallstabes in den unteren Teil der Bombe gedrückt. Die Bombe wird mit einem Verschlußplättchen bedeckt, dicht verschraubt und in den auf 1000° C aufgeheizten Glühofen (Abb. 2, S. 421) eingesetzt. Nach etwa 15 min wird die Bombe dem Ofen entnommen, sofort um 180° gedreht und zum Abkühlen abgestellt.

Nach Lösen der Verschraubung und Abziehen des Verschlußplättchens wird die Bombe in den Ansatzstutzen des Zersetzungskolbens (Abb. 3, S. 423) eingeführt und durch Anbringen der Haltevorrichtung befestigt. Eine ringförmige, mit Siliconfett bestrichene Gummischeibe dient als Dichtung. In den Kolben werden einige Zinkgranalien, 100 ml Phosphorsäure (1,05) und 3 ml Chrom(II)- oder Titan(III)-chloridlösung gegeben. Die Absorptionsvorlage (Abb. 3) wird mit 20 ml Natronlauge beschickt und Stickstoff zur Spülung einige Minuten lang durch die Apparatur geleitet. Der Schliffaufsatz wird angehoben, um das Verschlußplättchen in den Kolben gleiten zu lassen. Die Zersetzung des Aufschlusses wird durch eine entsprechende Schwenkung der Apparatur (Abb. 4, S. 423) eingeleitet und ist beendet, wenn die Gasentwicklung stark nachläßt. Die Säure soll dann noch etwa 1 min lang unter mehrmaligem Entleeren und Füllen der Bombe einwirken. Der Inhalt des Kolbens wird bei hochgestellter Bombe erhitzt und etwa 5 min lang unter Durchleiten eines schwachen Stickstoffstromes in mäßigem Sieden gehalten. Die Heizung wird abgestellt und die Apparatur durch weiteres Hindurchleiten von Stickstoff gespült.

In ein 250 ml fassendes Becherglas (hohe Form) wird soviel Dichromatlösung abgemessen, daß für die nachfolgende Reaktion ein hinreichender Überschuß (mindestens 10 ml) vorhanden ist. Der Dichromatlösung werden 60 ml Schwefelsäure (1,38) und 7 ml Natriumchloridlösung zugefügt. Nachdem die Absorptionslösung sich auf eine Temperatur von etwa 40° C abgekühlt hat, wird die Dichromatlösung auf etwa 85° C erwärmt und unter das Absorptionsgefäß gebracht. Die Absorptionslösung wird im Verlaufe von einigen Minuten unter Rühren in die Dichromatlösung übergeführt. Die Zufließgeschwindigkeit wird so geregelt, daß die Temperatur weder über 90° C ansteigt noch 70° C unterschreitet. Die im Absorptionsgefäß noch vorhandene Lauge wird mit dest. Wasser in die Dichromatlösung gespült. Das nicht verbrauchte Dichromat wird mit Eisen(II)-sulfatlösung bestimmt. Der Äquivalenzpunkt wird potentiometrisch an einem starken Absinken des Potentials der Platinelektrode erkannt.

Soll die Bestimmung jodometrisch ausgewertet werden, so wird das Absorptionsgefäß mit 25 ml Cadmiumacetatlösung (50 g Liter) beschickt. Nach Spülen der Apparatur mit Stickstoff und Abkühlen der Vorlageflüssigkeit auf Raumtemperatur wird 0,05 n Jodlösung durch das Einleitungsrohr im Überschuß zugegeben und nach Durchmischung auf demselben Wege 10 ml Salzsäure (1,19). In der in ein Becherglas übergeführten Lösung wird das nicht verbrauchte Jod mit 0,05 n Thiosulfatlösung bestimmt.

Der in Gewichtsprozenten der eingesetzten Probe ausgedrückte Schwefelgehalt ergibt sich nach der Formel:

$$\% \, S = \frac{(a - b) \cdot 32{,}06 \cdot 100}{c \cdot 8 \cdot 10000} = \frac{(a - b) \cdot 4{,}01}{c \cdot 100}.$$

In der Formel bedeuten: a vorgelegte 0,1 n Dichromatlösung in Milliliter; b Verbrauch an 0,1 n Eisen(II)-sulfatlösung in Milliliter; c Einwaage an Probematerial in Gramm.

Das zum Aufschluß verwandte Lithium wird in einem Blindversuch auf Schwefel geprüft, indem 800 mg Lithium unter Zusatz von 400 mg Benzoesäure (p. a.) in der Bombe erhitzt werden. Der Aufschluß wird wie oben angegeben weiterverarbeitet. Der Zusatz schwefelfreier organischer Substanz bezweckt lediglich, die Menge des metallischen Lithiums für das nachfolgende Lösen herabzusetzen.

Tabelle 1. *Titration von Dichromatlösung mit Eisen(II)-sulfatlösung bei Gegenwart von Chlor-Ionen.*

Natrium-chloridlösung ml	0,1 n Eisen(II)-sulfatlösung ml	ml
5	30,02	49,96
10	30,00	50,00
15	29,98	50,00
20	29,96	50,00
30	29,98	49,96

Beleganalysen.

Zum Nachweis, daß unter den vorliegenden Bedingungen kein Dichromat durch Oxydation von Chlor-Ionen zu elementarem Chlor verbraucht wird, wurden jeweils 30,0 bzw. 50,0 ml 0,1 n Dichromatlösung mit 50 ml Schwefelsäure (1,38) und wechselnden Mengen 20%iger Natriumchloridlösung versetzt. Die Lösungen wurden auf etwa 95° C erwärmt und nach Abkühlen auf Raumtemperatur mit 0,1 n Eisen(II)-sulfatlösung titriert. Die in Tab. 1 aufgeführten Titrationswerte zeigen, daß ein Verlust an Dichromat nicht eintritt.

Tabelle 2. *Oxydation von Natriumsulfid zu Sulfat mittels Dichromatlösung: a) aus jodometrischer Titration, b) aus gravimetrischer Analyse von 20 ml Sulfidlösung sich ergebende Schwefelmengen.*

Natrium sulfidlösung ml	Verbrauch an 0,1 n Dichromatlösung ml	ermittelte Schwefelmenge mg	Vergleichswerte a)	b)
1,0	0,68	0,27	0,26	0,26
	0,66	0,26		
2,0	1,32	0,53	0,53	0,53
	1,33	0,53		
5,0	3,29	1,32	1,32	1,32
	3,27	1,31		
10,0	6,59	2,64	2,63	2,64
	6,59	2,64		
20,0	13,10	5,25	5,26	5,28
	13,14	5,27		

Zur Prüfung der Reaktion zwischen Sulfid-Ion und Dichromat wurden wechselnde Mengen einer Natriumsulfidlösung unter den in der Arbeitsvorschrift festgelegten Bedingungen in Dichromatlösung eingebracht.

Tabelle 3. *Schwefelbestimmung in organischen und anorganischen Stoffen.*

Untersuchungsprobe	Einwaage mg		Verbrauch an 0,1 n Dichromatlösung ml		Schwefelgehalt (% S) Reduktionsverfahren		Vergleichswerte	
Bariumsulfat	51,4	51,4	17,72	17,70	13,8	13,8	13,73	theoretischer Schwefelgehalt
Silbersulfat	60,6	51,3	14,75	12,52	9,74	9,72	9,74	
Sulfanilsäure	35,0	39,7	16,20	18,25	18,5	18,4	18,59	
Diphenylaminsulfonsäure	44,4		13,18		11,9		11,83	
Anthrazit	400		10,80	10,82	1,08	1,08	1,09	Eschka-Verfahren
Magerkohle	400		18,12	18,18	1,81	1,82	1,82	
Fettkohle	400		9,10	9,20	0,91	0,92	0,90	
Gasflammkohle	400		25,54	25,62	2,55	2,56	2,56	
Hochofenkoks	400		11,90	11,98	1,19	1,20	1,18	
Torf	400		19,62	19,70	1,96	1,97	1,97	
Braunkohle	400		4,32	4,42	0,43	0,44	0,42	
Arsakohle	100		26,05	26,32	10,4	10,5	10,6	
Sulciskohle	100		19,88	20,00	7,95	8,00	7,98	
Jugoslav. Kohle	54,0	52,4	18,35	17,80	13,6	13,6	13,6	
Flözprobe Ruhrkohle	55,9	55,5	18,42	18,45	13,2	13,3	13,2	
Ölschiefer	400		11,10	11,15	1,11	1,12	1,08	
Steinkohlenteerpech	400		9,92	9,98	0,99	1,00	1,02	Bomben-Methode
Steinkohlenteeröl	222,0	262,4	24,96	30,05	4,50	4,58	4,51	
Erdölbitumen	221,4	233,7	16,95	16,60	2,88	2,85	2,90	
Heizöl (mineralisch)	287,3	220,2	13,60	10,45	1,90	1,90	1,88	
Brennstoffasche	200		2,30	2,30	0,46	0,46	0,48	Schmelz-Aufschluß
Schlackenwolle	100	200	2,60	5,11	1,04	1,02	1,05	
Geräteglas	100	200	0,30	0,70	0,12	0,14		
Jenaer Glas	200		0,50	0,40	0,10	0,08		
Vulkanisierter Kautschuk	199	200	32,59	33,10	6,57	6,62		
Waschmittel (Pril)	100		36,95	37,15	14,8	14,9		
Magerkohle m. 0,2% As	400			18,12	1,81		1,82	Eschka-Verfahren
Magerkohle m. 0,4% As	400			18,14	1,81			
Magerkohle m. 0,2% P	400			18,10	1,81			
Magerkohle m. 0,4% P	400			18,04	1,80			

Vergleichswerte ergaben sich durch jodometrische Titration der Natriumsulfidlösung und durch gravimetrische Ermittlung der bei der Oxydation mit Wasserstoffperoxydlösung in ammoniakalischem Medium gebildeten Sulfat-Ionen. Diese Bestimmungen wurden mit jeweils 20 ml der Sulfidlösung durchgeführt. Aus den in Tab. 2 aufgeführten Werten ist zu entnehmen, daß die Sulfid-Ionen durch die Dichromat-Ionen quantitativ zu Sulfat oxydiert werden.

Tab. 3 vermittelt einen Überblick über die Zuverlässigkeit des Reduktionsverfahrens und enthält Beispiele für seinen Anwendungsbereich. Schwefelreichere Proben erfordern eine dem Schwefelgehalt angepaßte geringere Einwaage an Untersuchungssubstanz. Benzoesäure oder Saccharose ersetzen dabei die an 400 mg fehlende Menge. Erwartungsgemäß üben beim Lösen des Aufschlusses entstehender Phosphor- und Arsenwasserstoff (im Gegensatz zu Selenwasserstoff) keinen Einfluß auf das Analysenergebnis aus.

Der Wiederholstreubereich des Verfahrens beträgt unter den vorliegenden Bedingungen etwa 0,08 mg Schwefel. Eine Doppelbestimmung wird in 60 min ausgeführt, davon sind etwa 30 min Arbeitszeit.

Zusammenfassung.

Es wird gezeigt, daß eine reduktive Behandlung der Untersuchungsprobe nicht nur bei festen Brennstoffen und Teerölen, sondern darüber hinaus bei einer Vielzahl von Feststoffen eine zuverlässige Schwefelbestimmung gestattet. Durch Erhitzen mit Lithium werden organische und anorganische Verbindungen zersetzt und ihre Bestandteile zur niedrigsten Wertigkeitsstufe reduziert. Schwefel jeglicher Bindungsform wird in Lithiumsulfid übergeführt. Zur Durchführung des Aufschlusses dient eine verschraubbare Bombe aus hitze- und säurebeständigem Stahl.

Der beim Lösen der Schmelze freiwerdende Schwefelwasserstoff wird nach einem Verfahren bestimmt, welches auf der Oxydation von Alkalisulfid zu Sulfat mittels Dichromatlösung beruht. Diese Reaktion vollzieht sich bei erhöhter Temperatur schnell und quantitativ. Der Wiederholstreubereich der Methode ist gering, da das überschüssige Dichromat sehr genau mit Eisen(II)-sulfatlösung bestimmt werden kann und störende Nebenreaktionen offenbar nicht vorliegen. Das Verfahren benötigt keinen empirischen Faktor, so daß die verbrauchte Menge an Dichromatlösung ein direktes Maß für die vorliegende Schwefelmenge ist.

Ein Arsen- oder Phosphorgehalt der Analysenprobe ist ohne Einfluß auf das Ergebnis. Ein wesentlicher Vorteil der neuen Arbeitsweise dürfte darin bestehen, daß mit geringem Arbeitsaufwand auch solche Stoffe zuverlässig auf Schwefel analysiert werden können, deren Untersuchung bisher nur nach relativ umständlichen Methoden möglich war.

An der Durchführung der Arbeit war H. Stattrop beteiligt.

Literatur.

[1] Bürger, K.: Angew. Chem. **54**, 479 (1941); **55**, 245 (1942); **57**, 25 (1944). — [2] Caldwell, W. W., u. F. C. Krauskopf: Journ. Amer. chem. Soc. **51**, 2936 (1929). [3] Černyi, A. T., u. K. V. Podojnikova: Zavodskaja Laborat. (Betriebslab.) **31**, 1132 (1949); vgl. diese Z. **133**, 218 (1951). — [4] Fedossejew, P. N., u. N. P. Iwaschowa: Ž. anal. Chim. (russ.) **7**, 112 (1952); vgl. diese Z. **138**, 67 (1953).

[5] Gmelin, L.: Handbuch d. anorg. Chemie, Bd. 9 B. 1, S. 96, Weinheim 1953. — [6] Kainz, G., u. E. Resch: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **39**, 75 (1952); vgl. diese Z. **138**, 285 (1953). — [7] Kirsten, W., u. C. Carstens: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 272 (1951); vgl. diese Z. **135**, 453 (1952). — [8] Kurchatov, M. S.: Annuaire univ. Sofia, Faculté phys. 43, math. Livre 2, 235 (1946/47). — [9] Pregl, F., u. H. Roth: Quantitative organische Mikroanalyse, S. 152. Wien 1949. — [10] Zimmermann, W.: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **31**, 15 (1943); **33**, 122 (1946); **35**, 80 (1950); vgl. diese Z. **132**, 300 (1951).

Dr. W. Radmacher, Essen, Frau-Berta-Krupp-Straße 4.

Aus den Forschungslaboratorien der E. Merck AG., Darmstadt.

Die Bestimmung des Sulfatgehaltes von Chromaten und Dichromaten.

Von

H. Wolf und **W. Petzold.**

(Eingegangen am 30. Dezember 1953.)

Zur Bestimmung des Sulfatgehalts in Chromaten und Dichromaten sind wenige Verfahren bekannt geworden. Eine direkte Fällung mit Bariumchlorid ist nicht möglich, da der Bariumsulfatniederschlag infolge Mitfällung von Bariumchromat verunreinigt ist. Zur Verhinderung der Mitfällung sind verschiedene Arbeitsvorschläge gemacht worden. So empfehlen H. H. Willard und R. Schneidewind[7] Reduktion des Chromats und Fällung des Sulfats nach Zugabe von Essigsäure. Dieses Verfahren hat teilweise Anwendung in den bekannten Prüfungsbüchern zur Reinheitsprüfung von analytischen Reagenzien, wie dem Merckschen Prüfungsbuch[3], dem Rosinschen Werk[5] oder den ACS-Vorschriften[4], gefunden.

Nach dem Merckschen Prüfungsbuch wird das störende Chromat abgetrennt, indem es als Chrom(III)-hydroxyd abgeschieden und im Filtrat das Sulfat gefällt wird. Diese Methode ist langwierig und schwerfällig, da mit großen Flüssigkeitsvolumina gearbeitet wird und das Auswaschen des voluminösen Hydroxyds schwierig ist; es besteht zudem noch die Möglichkeit der Adsorption von Sulfat durch das Chrom(III)-hydroxyd.

J. Rosin und ACS lehnen sich an eine von W. B. Meldrum u. Mitarb.[1] beschriebene Methode an, nach der aus der Chromatlösung in üblicher Methode das Sulfat gefällt wird. Der chromathaltige Niederschlag wird nach dem Wägen mit Natriumcarbonat aufgeschlossen und das vorhandene Chromat nach Meldrum jodometrisch bestimmt. Der Sulfatwert wird auf Grund des Ergebnisses korrigiert. Nach J. Rosin wird nach dem Aufschluß die geringe, mitgefällte Chromatmenge jedoch zur

Chrom(III)-stufe reduziert und das Sulfat erneut gefällt. Bei allen Verfahren ist eine Berichtigung des Sulfatwerts durch den Blindwert der Reagenzien notwendig. Von den von W. B. Meldrum angegebenen Werten seien einige in Tab. 1 aufgeführt. Sie sind zur besseren Übersicht überarbeitet.

Tabelle 1.

eingesetzt				gefunden		
Na_2CrO_4 g	Na_2SO_4 = g	% im Gemisch	% $BaCrO_4$ in der Fällung	Na_2SO_4 g	Fehler mg	%
1,93	0,0162	0,8	50,5	0,0159	— 0,3	1,9
2,18	0,0291	1,3	35	0,0294	+ 0,3	1,02
0,345	0,0468	12	6,2	0,0466	— 0,2	0,43
0,124	0,0608	33	2,7	0,0612	+ 0,4	0,65

In einer weiteren Arbeit haben W. B. Meldrum u. Mitarb.[2] die den Einschluß von Bariumchromat bei der Sulfatfällung beeinflussenden Faktoren untersucht. Sie stellten fest:

1. Nimmt das *Verhältnis Chromat*: *Sulfat* ab, dann wird der Chromatanteil des Niederschlages geringer. 2. Bei p_H 1 wird die Mitfällung sehr gering, da durch die Reaktion $2\ CrO_4^{--} + 2\ H_3O^+ \rightleftharpoons Cr_2O_7^{--} + 3\ H_2O$ eine Zunahme der Dichromat-Ionen eintritt und diese nur beschränkt mitgefällt werden. 3. Ist die *Fällzeit* sehr groß, d. h. führt man die Fällung sehr langsam unter Rühren durch, so wird weniger Chromat eingebaut als bei rascher Ausfällung. — 4. Durch eine *Digerierdauer* von 2—3 Std wird der Chromatgehalt der Sulfatfällung verringert; eine längere Behandlung in der Wärme beeinflußt den Niederschlag nur noch sehr wenig.

Aus Meldrums Versuchsreihen ergibt sich, daß bei einem Chromat: Sulfatverhältnis von 10:1 eine beträchtliche Mitfällung von Chromat eintritt. Will man kleine Mengen Sulfat in Chromaten bestimmen, so ist es daher notwendig, den Chromatanteil der zu fällenden Lösung zu vermindern oder völlig zu beseitigen.

G. F. Smith[6] beobachtete beim Eindampfen von Überchlorsäuremonohydrat enthaltenden Lösungen von Chromstählen die Abscheidung von Chromsäureanhydrid.

Diese Reaktion wurde auf ihre analytische Anwendbarkeit hin untersucht, da sie die Möglichkeit der Abtrennung des Chromats vom Sulfat und anderen Verunreinigungen bot. In einigen Versuchsreihen wurde sichergestellt, daß bei den zur Konzentrierung der überchlorsäurehaltigen Lösungen zur Anwendung gelangenden Temperaturen eine Verflüchtigung von Schwefelsäure nicht eintritt. Dabei wurde nach folgendem Verfahren gearbeitet:

Reagenzien und Geräte. Überchlorsäure (1,67) 70%ig, Merck; Salzsäure, konz. (1,19) 35%ig, Merck; Natriumhydroxyd in Plätzchen p.a., Merck; Bariumchloridlösung 1:9 aus Bariumchlorid p.a., Merck. Wittscher Topf, Porzellanfiltertiegel A 1, Glasfiltertiegel G 4, Abdampfschalen, Becherglas 250 ml (hohe Form).

Verfahren.

Eine Einwaage von 2 g Kaliumchromat wird in 10 ml Wasser in der Wärme gelöst. Man gibt 15 ml 70%ige Überchlorsäure (1,67), (Merck) zu und erhitzt auf dem siedenden Wasserbad. Man beobachtet nach einiger Zeit die Abscheidung langer Nadeln von CrO_3 aus der dunkelroten Lösung. Zur Vervollständigung der Abscheidung erwärmt man noch kurze Zeit auf dem Drahtnetz im Luftbad oder auf der elektrischen Heizplatte, wobei man beständig rührt, bis zur Bildung weißer Nebel. Ist die Abscheidung von CrO_3 richtig erfolgt, so wird die überstehende Lösung beinahe farblos und der Niederschlag scheidet sich kompakt ab. Man läßt abkühlen und saugt die Überchlorsäurelösung vom Niederschlag ab, den man möglichst quantitativ auf den Glasfiltertiegel G 4 bringt. Man wäscht den Filterrückstand 3mal mit je 2 ml Überchlorsäure (1,67) nach. Waschsäure und Filtrat werden mit 100 ml Wasser verdünnt und mit aus Plätzchen frisch bereiteter Natronlauge neutralisiert. Man versetzt mit 3 ml 2 n Salzsäure und erhitzt auf dem Dampfbad. Die heiße Lösung wird tropfenweise unter kräftigem Rühren mit Bariumchloridlösung gefällt. Man digeriert 2 Std auf dem Dampfbad und überzeugt sich dann von der Vollständigkeit der Fällung. Nach dem Erkalten der Lösung wird der Niederschlag im tarierten Porzellanfiltertiegel A 1 abgesaugt, mit wenig Wasser gewaschen und zur Konstanz geglüht. Bei sehr geringen Sulfatmengen wird die Fällung am besten über Nacht stehen gelassen, bevor der Niederschlag abfiltriert wird.

Zur Überprüfung dieser Vorschrift wurden Serienbestimmungen durchgeführt. Dazu wurden wechselnde Mengen eines gewichtskonstant getrockneten Natriumsulfats mit jeweils 2 g Kaliumdichromat gelöst und nach obiger Vorschrift aufgearbeitet. Um den Einfluß der zum Auswaschen des CrO_3 angewendeten Überchlorsäuremenge zu untersuchen, wurden in einer Versuchsreihe steigende Mengen, nämlich 5 ml, 10 ml, 15 ml und 20 ml zur Anwendung gebracht. Bei der nachfolgenden Neutralisation wurde ein hoher Fremdsalzgehalt der zu fällenden Lösung erhalten. Die Sulfatfällung wurde jedoch hierdurch nicht beeinflußt. Es wurde keine Erhöhung des Chromatgehalts festgestellt. Es muß geschlossen werden, daß CrO_3 in konzentrierter Überchlorsäure praktisch unlöslich ist. Die Tab. 2 (S. 432) gibt einige Meßreihen wieder.

In einer weiteren Meßreihe wurden Chromate und Dichromate in 2 verschiedenen Laboratorien (a) und (b) der E. Merck AG. untersucht. Die Einwaagen betrugen für die Reihe a) 2 g, für die Reihe b) 10 g Substanz. Bei 5 verschiedenen Proben wurden folgende Sulfatgehalte in Prozenten festgestellt:

Probe:	1	2	3	4	5
a)	0,035	0,047	0,018	0,023	0,033
b)	0,032	0,049	0,016	0,022	0,039

Diese Übereinstimmung kann als sehr gut bezeichnet werden.

Sollen Ammoniumsalze zur Untersuchung kommen, so ist es nötig, durch Digerieren mit frisch bereiteter Natronlauge das Ammoniak zu entfernen und dann erst mit Überchlorsäure das Chromat abzutrennen.

Diskussion der Ergebnisse.

Aus den Tabellen ist ersichtlich, daß die für Sulfatbestimmungen bekannte Fehlergrenze nicht überschritten wird. Es ist kein Einfluß des Kations feststellbar. Die Sulfatfällung wird durch die Natriumperchloratmenge, die bei der Neutralisation in der Fällösung entsteht, nicht beeinflußt. Es ist möglich, die Abtrennung des Chromats mit Überchlorsäure bei der Bestimmung von weiteren Verunreinigungen dieser Salze, z. B. von Ca, Na oder K zu benutzen.

Tabelle 2.

zugesetzt mg Na_2SO_4	gefunden mg Na_2SO_4	Ablage mg Na_2SO_4	Ablage % der Einwaage	mittlerer Fehler
	Angewandt: 2 g Kaliumdichromat			
	146,1	— 0,9	0,61	0,68
147,0	145,9	— 1,1	0,75	
	145,8	— 1,2	0,81	
	146,2	— 0,8	0,55	
	77,11	+ 0,11	0,14	
77,0	76,87	— 0,13	0,17	0,17
	76,87	— 0,13	0,17	
	76,86	— 0,14	0,18	
	43,94	— 0,06	0,14	
44,0	44,43	+ 0,43	0,97	0,58
	44,48	+ 0,48	1,08	
	43,94	— 0,06	0,14	
	28,72	— 0,08	0,28	
28,8	28,79	— 0,01	0,035	0,21*
	28,79	— 0,01	0,035	
	28,66	— 0,14	0,5	
	14,73	+ 0,03	0,22	
14,7	14,79	+ 0,09	0,61	0,32
	14,66	— 0,04	0,27	
	Angewandt: 2 g Natriumdichromat			
	73,8	+ 0,3	0,4	
73,5	72,7	— 0,8	1,1	0,54
	73,4	— 0,1	0,1	
	73,9	+ 0,4	0,55	

* Bei dieser Reihe wurde das abgeschiedene CrO_3 mit jeweils 5 ml, 10 ml, 15 ml und 20 ml Überchlorsäure (1,67) nachgewaschen.

Zusammenfassung.

Es wird eine neue Methode zur Bestimmung von Sulfat in Anwesenheit eines großen Überschusses von Chromat bzw. Dichromat gegeben, die schnell und unkompliziert ist. Durch Anwendung von konz. Überchlor-

säure wird das störende Chromat als Chromsäureanhydrid abgetrennt und im Filtrat nach Neutralisation und schwachem Ansäuern das Sulfat wie üblich als Bariumsulfat bestimmt. Sehr geringe Sulfatmengen können nephelometrisch ermittelt werden.

Literatur.

[1] Meldrum, W. B., W. E. Cadbury u. W. H. Lucasse: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **13**, 456 (1941). — [2] Meldrum, W. B., W. E. Cadbury u. C. E. Bricker: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **15**, 560 (1943). — [3] Merck, E.: Prüfung der chemischen Reagenzien auf Reinheit. 5. Aufl., S. 267, 273 (1939). — [4] Reagent Chemicals ACS Spezifications. S. 260, 266 (1950). — [5] Rosin, J.: Reagent Chemicals and Standards. S. 322, 326. New York 1937. — [6] Smith, G. F.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **6**, 229 (1932). — [7] Willard, H. H., u. R. Schneidewind: Trans. Amer. electrochem. Soc. **56**, 333 (1929).

Dipl.-Chem. Dr. H. Wolf, Heidelberg, Uferstr. 16.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

Polarographie. G. F. Reynolds und H. M. Davis[1] beschreiben *einen neuen Kathodenstrahlpolarographen*, der auf dem Prinzip des von J. E. B. Randles[2] angegebenen Verfahrens mit dem Einzelkipp aufgebaut ist, letzterem gegenüber aber vereinfacht wurde. Die wesentlichen Kennzeichen sind folgende: Die Geschwindigkeit der sekundlichen Spannungsänderung wurde auf 0,3 V/sec festgelegt, der Kippspannungsdurchlauf findet mit konstanter Frequenz statt und wird mittels Verzögerungsrelais (Multivibrator) derart gesteuert, daß er stets 5 sec nach Abfall jedes Quecksilbertropfens erfolgt. Bei einer Tropfzeit von 7 sec ist die Synchronisation dann sehr leicht einstellbar und gut reproduzierbar. Die Spannungsverstärkung als X-Achse des Oscillogramms ist konstant 50 mv/cm, die Verstärkung der Stromstärke als Y-Achse des Oscillogramms kann durch Einschalten verschiedener Widerstände (in Serie zur Zelle) eingestellt und mit Eichwiderständen kontrolliert werden. Der Einfluß der Zellkapazität ist ausgeschaltet. Auch die Aufnahme von di/dE-Kurven ist durch einfache Umschaltung möglich. Als Vorteile werden besonders hervorgehoben: Schnelligkeit einer Bestimmung, Verwendbarkeit zu kinetischen Messungen, um 2 Zehnerpotenzen gesteigerte Empfindlichkeit der Diffusionsstromanzeige, Einfachheit der Bedienung, verbesserte Auflösung eng benachbarter Stufen ($dE_{1/2}$ von 0,1 V ist deutlich trennbar) und die Möglichkeit der Analyse von unedlen Ionen neben beträchtlichen Überschüssen edlerer Ionen. Auch ist das Gerät gegen Erschütterungen weitgehend unempfindlich.

Die Beschreibung der Eigentümlichkeiten oscillographischer Polarogramme und die besonderen Maßnahmen bei ihrer Aufnahme mit einem nach den Angaben von J.

[1] Analyst (London) **78**, 314—319 (1953). Chem. Inspectorate, Ministry of Supply, Woolwich (England).

[2] Analyst (London) **72**, 301 (1947) und Trans. Faraday Soc. **44**, 322 (1948).

E. B. Randles[1] gebauten Kathodenstrahlpolarographen wird von R. Lenaers[2] gegeben. In engster Anlehnung an die Versuche von Randles werden die Funktionen des Polarographen bei Aufnahme von Oscillogrammen, die mit dem Tropfenfall an der Quecksilberelektrode synchronisiert sind, beschrieben, ohne daß auf die Konstruktion oder Schaltungen des Gerätes näher eingegangen wird. Die Auswertung der Spitzenhöhe ist ebenfalls der Methode von Randles gleich. Der Abgleich auf Standardhöhe (durch Widerstandsänderung) ist durch zwei der Bildröhre vorgelagerte Parallelfäden im fixierten Abstand erleichtert. Das Gerät liefert auch reine Kippspannungen für die Polarographie an festen oder rotierenden Elektroden und besitzt einen Differentiator zwecks Erhöhung der Auflösung eng benachbarter Spitzen. 10^{-4} bis 10^{-5} m-Gehalte können mit 3% Genauigkeit erfaßt werden.

F. J. Bryant und G. F. Reynolds[3] beschreiben *einen neuen Polarographen*, mit dem nicht allein mit zwei verschiedenen Geschwindigkeiten (11 bzw. 45 min Durchlauf der polarisierenden Spannung) gearbeitet werden kann, sondern mit dem auch das Ausgangs- und Endpotential eines Polarogramms aus dem Gesamtbereich von 3 V beliebig in 0,3 V-Stufen festgelegt, herausgeschnitten und sogar auf verschiedene Vergrößerung gebracht werden kann. Die im einzelnen genau beschriebene Schaltung und Konstruktion des Polarographen unter Zuhilfenahme von Einzelteilen des Cambridge-Polarographen enthält außerdem die übliche Dämpfungseinrichtung, eine Vorrichtung zur Umkehr des Spannungsdurchlaufs sowie eine weitere Einrichtung, mittels der auf dem photographisch registrierten Polarogramm jederzeit Lichtmarken bei bekannten Potentialen erzeugt werden können, wodurch die Bestimmung von z. B. der Verschiebung der Halbstufenpotentiale durch den Widerstand der Zelle sehr erleichtert wird. Die Vorteile des Geräts werden an zwei Polarogrammen diskutiert. Durch die Analyse *von sechswertigem Chrom neben Eisen(III)-Ionen* in alkalischer Mannitlösung wird der Vorteil der Aufnahme von Polarogrammen in herausgeschnittenen Potentialbereichen unter verschiedener Vergrößerung herausgestellt: Die Eisenstufe ist neben der Chromstufe deutlich auswertbar, wenn zwischen —0,3 und —1,5 V mit 0,08 V je Zentimeter registriert wird, sie ist so gut wie überhaupt nicht erkennbar bei Aufnahmen des Polarogramms mit 0,2 V je Zentimeter zwischen 0 und —2,7 V.

Es wird auch eine Vielzweckezelle beschrieben, die, für 10 ml Lösung bestimmt, sämtliche bei der Vorbereitung von Aufnahmen von Polarogrammen erforderlichen Maßnahmen ermöglicht, ohne daß die Zelle dem Thermostaten entnommen zu werden braucht.

Die Anwendung einer rotierenden Silberamalgamelektrode ermöglicht, wie W. D. Cooke[4] gezeigt hat, eine beträchtliche *Erhöhung der Empfindlichkeit* von quantitativen polarographischen Analysen. Wird ein Draht reinsten Silbers einige Minuten in Quecksilber getaucht, so überzieht er sich mit einer etwa 0,03 mm dicken Amalgamschicht, die fest haftet. Wird die Elektrode, mit 800 U/min rotierend, an Stelle einer Quecksilbertropfelektrode verwendet, so ist nicht allein die Diffusionsstromanzeige über Wochen sehr gut reproduzierbar (bei erneuter Amalgamierung sogar identisch) sondern, da Elektroden größerer Oberfläche verwendet werden können (es werden bis zu 1,3 cm^2 benutzt, d. h. eine über 100fache Oberfläche als bei üblichen Tropfelektroden), lassen sich auch Analysen sehr kleiner Depolarisatorgehalte ausführen.

[1] Trans. Faraday Soc. **44**, 322 (1948).

[2] Chim. analytique **35**, 8—10 (1953). Ateliers de Construction Electrique, Charleroi (Belgien).

[3] Analyst (London) **78**, 373—381 (1953). Ministry of Supply, Royal Arsenal, Woolwich (England).

[4] Analyt. Chemistry **25**, 215—218 (1953). Cornell Univ., Ithaca, N.Y. (USA).

So wird z. B. für *Cadmiumlösungen* in 0,02 m Kaliumchloridlösung und in einer Mischung von 0,02 m Ammoniumhydroxydlösung mit 0,02 m Ammoniumchloridlösung Proportionalität des Diffusionsstroms mit der Konzentration von 10^{-6} bis 10^{-4} m Lösungen beobachtet. Die durch Elektrolyse eintretende Verarmung der Lösung an Cd (etwa 1,5% beim Durchlaufen der Spannung von 0,5—1,0 V und bei 200 mV/min) kann dabei durch Messen des Diffusionsstroms bei stets gleicher Spannung eliminiert werden. Der Fehler der Analyse beträgt 2%, in reiner Kaliumchloridlösung 5%. *Kobalt(III)-lösungen* können ebenfalls im Bereich von $5 \cdot 10^{-6}$ bis $5 \cdot 10^{-4}$ auf 2% genau in einem Gemisch von 0,02 m Ammoniumchlorid-, 0,02 m Ammoniumacetat- und 0,01 m Essigsäurelösung (p_H 5) analysiert werden. Hier macht sich eine Verarmung an Depolarisator nicht bemerkbar, da kein Metall abgeschieden wird, doch tritt ein scharfes Maximum bei etwa + 0,1 bis + 0,07 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode) auf, das in ammoniakalischer Lösung ausbleibt und auf einer AgCl-Bildung beruht.

Die weitere Steigerung der Nachweisempfindlichkeit verbietet sich wegen des Grundstroms, der stets etwas größer ist als bei Tropfelektroden, sich aber sehr gut reproduzieren läßt und in seinem oft stufenförmigen Charakter auf Verunreinigungen hinweist.

Vor Eintauchen der Amalgamelektroden in die Analyselösung muß sehr sorgfältig aller Sauerstoff bis auf einen Gehalt unter 10^{-7} m durch Belüften oder Natriumsulfitzugabe entfernt sein. Als Gegenelektrode wird eine Ag/AgCl-Elektrode verwendet.

J. Heyrovský[1] hat ausführlich über die qualitative Analyse nach dem Verfahren von J. Heyrovský und J. Forejt[2], der bekannten *oscillographischen polarographischen Analyse* aus Stromspannungskurven an der Quecksilberstrahlelektrode mit zur Erzeugung des Oscillogramms überlagertem Wechselstrom, berichtet und neue Verbesserungen angegeben, die in gewissen Fällen auch zu quantitativen Resultaten führen. Bekanntlich zeigen die Oscillogramme Stufen, deren Lage für die Anwesenheit eines Depolarisators charakteristisch ist und die sowohl auf dem kathodischen als auch auf dem anodischen Zweig des Oscillogramms auftreten. Sie sind in ihrer Lage nur dann identisch, wenn die anodische Rückreaktion reversibel verläuft, d. h. bei Irreversibilität der Elektrodenreaktion ist ihre Lage auf beiden Zweigen verschieden. Diese Unterschiede lassen sich vorteilhaft zur qualitativen Analyse ausnützen, wenn z. B. *Zink neben Nickel* nachgewiesen werden soll, deren kathodische Stufen in saurer Lösung zusammenfallen, deren anodische Rückreaktion jedoch bei verschiedenen Potentialen verläuft. Aus dem gleichen Grund kann z. B. *eine Verunreinigung von 1% In in Cd-haltigen Zn-Erzen* in Sulfat-, Nitrat- oder Perchloratlösung auf dem anodischen Zweig erkannt werden: Das kathodisch mit Cd zusammenfallende In-Reaktionspotential ist auf der anodischen Seite um 0,12 V edler. Noch zuverlässiger und teilweise auch quantitativ können diese Unterschiede ausgewertet werden, wenn die Ableitung dieser Kurven auf dem Bildschirm mittels eines Differentiators entworfen und wenn am besten dV/dt gegen V abgebildet wird, wobei keine Synchronisierung erforderlich ist und aus der Lage von Kurvenzacken die Qualität, aus deren Länge aber auch die Quantität beurteilt werden kann. Auch läßt sich dann neben der Quecksilberstrahlelektrode wieder die Tropfelektrode verwenden, vor allem bei der Analyse anorganischer Verbindungen. Nach dieser Methode können qualitative und grob quantitative Übersichtsanalysen von Erzen

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **8**, 283—294 (1953). Centr. Polarograph. Inst., Prag.

[2] Z. physik. Chem. **193**, 77 (1943); siehe auch J. Heyrovský: Faraday Soc. Disc. **1**, 212 (1947); Anal. chim. Acta **2**, 533 (1948).

oder Reinheitsprüfungen an Präparaten sehr schnell ausgeführt werden. Es sind hierzu verschiedene Beispiele und in Tabellen die hierfür notwendigen Reaktionspotentiale in n Salzsäure, in n Salpeter- oder Schwefelsäure, in n Ammoniakpufferlösung und in n Kalilauge angegeben. *Metallische Verunreinigungen des Quecksilbers* (Cu, Bi, Sn, Pb, Tl, Cd, In, Zn) lassen sich im Bereich von 0,0001 bis 0,001% ebenfalls nach dieser Methode analysieren, d. h., werden Lösungen an Quecksilber elektrolysiert und Amalgame gebildet, und wird dieses Amalgam in indifferentem Leitsalz als Strahl- oder Tropfelektrode verwendet, dann können auch unedle Metalle neben größeren Mengen edlerer (z. B. Zn *oder* Cd *in* Pb, Sn, Tl, Cu, Hg) bestimmt werden.

Das Verfahren läßt sich auch zur Prüfung der Reinheit von Isomeren heranziehen: o-, m- *und* p-*Nitrophenol* sowie die drei *isomeren Dinitrophenolen* geben in n Kalilauge deutlich verschiedene Oscillogramme und lassen sich auch im Gemisch identifizieren, erstere auch im Gemisch mit Nitrobenzol.

Aufnahmen an einer 0,01 m Lösung von reinstem Penicillin G in n Lithiumsulfat mit 0,01 n Schwefelsäure bei 0° C ermöglichen die *Untersuchung der Zersetzung des Penicillins*. Es wurden Zacken ermittelt, die Dimethylcystein, Penicillinsäure, SH-Gruppen, einer Wasserstoff-Ionenabscheidung und Penilloaldehyd zugeordnet werden konnten.

Auch die *Schnellanalyse der Atmosphäre in Industriebetrieben* ist nach dieser Methode möglich. Spuren *Schwefelkohlenstoff* (1 μg je ml) zeigen in 2 n Natriumacetatlösung mit 2 n Essigsäure deutliche Zacken bei —0,9 V. Ein ähnliches Oscillogramm erhält man mit *Schwefelwasserstoff*, der neben Schwefelkohlenstoff jedoch leicht daran erkannt werden kann, daß er durch Belüften der Lösung nicht vertrieben wird, oder der besser in n Ammoniakpufferlösung analysiert wird, in der Schwefelkohlenstoff sehr unempfindlich anspricht. Auch *Schwefeldioxyd* (in 2 n Schwefelsäure) und *Blausäure* (in Acetatpufferlösung oder in n Lithiumhydroxydlösung) lassen sich, wie die übrigen Verunreinigungen nach Durchleiten eines bekannten Gasvolumens angereichert, einfach nachweisen. Wird die in n Lithiumchloridlösung durch Mn^{++} oder Fe^{++} katalytisch hinreichend beschleunigte Sauerstoffreduktion mit herangezogen, so lassen sich auch *Spuren Sauerstoff in Gasgemischen* nach diesem Verfahren schnell nachweisen.

Auf ein konstruiertes „Elektronen-Polaroskop" für diese Untersuchungen wird hingewiesen.

L. D. Wilson und R. J. Smith[1] haben die *polarographische Analyse strömender Lösungen* bei Strömungsgeschwindigkeiten bis zu 1000 ml je Minute an 0,004 m Cd-Lösungen in 0,05 m Kaliumnitratlösung als Beispiel systematisch untersucht und stellen fest, daß ziemlich unabhängig davon, ob bei horizontaler oder vertikaler Stromrichtung und ob in großer oder kleiner Zelle (25 mm bzw. 12,5 mm lichte Weite) gemessen wird, der Diffusionsstrom bis zur Strömungsgeschwindigkeit von 100 ml je Minute so wenig gestört wird, daß bis zu dieser Strömungsgeschwindigkeit Analysen ausgeführt werden können, wenn nur dafür gesorgt ist, daß der Quecksilberaustritt aus der Capillare sich im Zentrum des Strömungsquerschnitts befindet und die üblichen Vorbedingungen (Temperaturkonstanz, Sauerstoffentfernung durch Wasserstoff) und konstante Strömungsgeschwindigkeit während eines Versuchs durch Versorgung aus einem mit einem Überlauf versehenen Vorratsgefäß eingehalten sind.

Der Diffusionsstrom steigt mit der Strömungsgeschwindigkeit und ist außerdem der linearen Strömungsgeschwindigkeit proportional, d. h. Zellen mit kleinem

[1] Analyt. Chemistry 25, 218—220 (1953). Corn Products Refining Co, Argo, Ill.

Durchmesser führen zur stärksten Diffusionsstromerhöhung bei konstantem Durchsatz. Bei vertikaler Strömungsrichtung wird der Diffusionsstrom am wenigsten beeinflußt, wenn die Lösung, die dann nicht einmal sauber filtriert zu sein braucht, in Richtung des Tropfenfalls fließt. Bei entgegengesetzter Strömungsrichtung steigt der Diffusionsstrom gegenüber Messungen bei ruhender Flüssigkeit am stärksten an. Die Versuche zeigen, daß sowohl $m^{2/3}\, t^{1/6}$ als auch $E_{1/2}$ von der Strömung nur wenig beeinflußt werden.

Das Verfahren wird bereits zur laufenden Kontrolle des *Gehalts an freiem Schwefeldioxyd in Maisquellwasser* verwendet[1]. Ein von groben Beimengungen befreiter Teilstrom des anfallenden Wassers wird einer Vertikal-Elektrolysierzelle von 41 mm Durchmesser mit Überlauf von oben zugeführt. Durch eine entsprechend kleine Öffnung im Boden der Zelle ist die Strömungsgeschwindigkeit von 175—200 ml je Minute konstant eingestellt. Als Anode dient ein seitlich angebrachter Napf mit Quecksilber, da der Diffusionsstrom bei Messung gegen Kalomelelektroden durch Verstopfen des Diaphragmas leicht gestört werden kann. An die zentral eintauchende Quecksilbertropfelektrode (t = 2—2,5 sec)[2] liegt eine konstante Spannung von etwa 1 V an. Der Diffusionsstrom wird mittels Potentiometern so eingestellt, daß an einem Schreiber direkt 0,002% SO_2 (entsprechend 0,2 mV) angezeigt werden. Eine Dämpfung ist eingebaut. Die Einstellung der Anzeige und Eichung erfolgt durch Titration der Lösung mit Jodlösung. — Wiederholte Nacheichungen haben ergeben, daß übliche p_H-Schwankungen von 3,8—4,2 und Temperaturschwankungen zwischen 52 und 55° C, sowie unvermeidbare Schwankungen des Elektrolytgehalts der Lösung zusammen einen Fehler von höchstens 5% ausmachen.

K. Cruse.

Für die polarographische Bestimmung von Chrom, Nickel und Kobalt geben J. Besson und R. Budenz[3] eine vereinfachte Arbeitsweise an, die darauf beruht, daß man in der perchlorsauren Lösung des Stahls das Chromat unmittelbar bestimmt, wobei die in geringer Menge vorhandenen Chlor-Ionen, ferner Eisen und die üblichen Legierungsbestandteile mit Ausnahme von Vanadin und wahrscheinlich Wolfram nicht stören. In derselben Lösung der Probe können Nickel und Kobalt nach dem Neutralisieren mit $BaCO_3$ und Zugabe einiger Tropfen Pyridin polarographiert werden. Ti, V, Mo, W stören nicht. Andere Neutralisierungsmittel erwiesen sich als wenig oder gar nicht geeignet. — *Ausführung.* Man löst 1 g Stahl unter Erwärmen in 15 ml Perchlorsäure (D 1,62) und 1 ml Salpetersäure (D 1,4), erhitzt bis zum Entweichen weißer Dämpfe, verdünnt nach dem Erkalten mit 50 ml Wasser, kocht 5 min und füllt nach neuem Erkalten auf 100 ml auf (Lösung I). 5—20 ml dieser Lösung (5 ml bei Cr-Gehalten über 5%, 20 ml bei Gehalten unter 1%) werden mit 5 ml 80%iger Phosphorsäure, 10 ml 0,5%iger Gelatinelösung versetzt, worauf man auf 50 ml verdünnt und zwischen +0,15 und 0,20 V polarographiert und aus der Stufenhöhe das Chrom bestimmt. Für *die Nickel- und Kobaltbestimmung* neutralisiert man 10 ml der Lösung I in einem 50 ml-Meßkolben mit einer wäßrigen Aufschlämmung von Bariumcarbonat unter Vermeidung eines großen Überschusses, fügt 1 ml 0,001 n $FeSO_4$-Lösung zu, schüttelt um und versetzt dann mit einigen Tropfen Pyridin (2 Tr. für 1% Ni + Co, 5—6 Tr. für 5% Ni + Co usw.). Nach Zusatz von 10 ml 0,5%iger Gelatinelösung wird filtriert, das Filtrat entlüftet und hierauf polarographiert. Die Ergebnisse sind zufriedenstellend.

A. Schleicher.

---

[1] Wilson, L. D., u. R. J. Smith: Analyt. Chemistry **25**, 334—336 (1953).

[2] Der Quecksilberverbrauch liegt bei 250 ml je Woche.

[3] Bull. Soc. chim. France **1953**, 725—733. Inst. de Recherches Métallurg., Saarbrücken.

Zur polarographischen Bestimmung von Jod, Jodid und Hypojodit oxydiert man diese nach J. V. A. Novák[1] zunächst mittels Hypobromit zu Jodat. Die Reduktionsstufe des Jodats liegt bei —1,1 V (gemessen gegen die Normalkalomelelektrode). Da bei der Reduktion (zu Jodid) 6 Elektronen verbraucht werden, ist das Verfahren sehr empfindlich. Man verwendet für die Oxydation von 5 ml $5 \cdot 10^{-5}$ m bis 10^{-3} m Jodidlösung 0,1—0,5 ml gesättigtes Bromwasser in 0,05—2 m NaOH-Lösung, beseitigt den Oxydationsmittelüberschuß mit 0,1—0,5 ml gesättigter Natriumsulfit- oder 20%iger Natriumthiosulfatlösung, fügt (bei größeren Jodidkonzentrationen) 0,2 ml 0,25%ige Gelatinelösung zur Unterdrückung etwaiger Maxima zu und polarographiert bei —0,5 bis —1,4 V an der Luft oder nach Durchleiten von Stickstoff. — Zur *Jodbestimmung in Kochsalz* löst man 10 g Probe in 50 ml Wasser, versetzt 10 ml der Lösung mit 1 ml Wasser und 1 ml Hypobromitlösung (50 ml 5 n Natronlauge + 50 ml gesättigtes Bromwasser), hierauf mit 1 ml einer Mischung von 50 ml gesättigter Natriumsulfitlösung und 50 ml 0,25%iger Gelatinelösung und polarographiert. In einem Parallelversuch bestimmt man die Stufenhöhe einer Lösung, die gleichartig zusammengesetzt ist, aber an Stelle von 1 ml Wasser 1 ml Standardjodidlösung (0,1 g KJ in 2 l Wasser) enthält. H. Kurtenacker.

M. C. Rand und H. Heukelekian[2] verwenden zur polarographischen *Bestimmung des Nitratgehalts in destilliertem Wasser, Leitungswasser oder in Abwasser* eine 0,1 n Zirkonylchloridlösung als Grundlösung, in der die Stromspannungskurve eine in ihrer Höhe vom Nitratgehalt direkt abhängige Stufe zwischen —0,8 und —1,2 V besitzt und wobei sich gleichzeitig eine Pufferung der Lösung erübrigt, da sich der p_H-Wert von 1,7 nur bei Untersuchung stark alkalischer Abwässer merklich ändert. Da bei in üblicher Weise aufgenommenen Stromspannungskurven unbekannte Störungen des Kurvenverlaufs auftreten, wird besser folgendes Verfahren angewendet: 10 ml der Probe oder einer Standardlösung von Natriumnitrat werden mit 1 ml etwa 1 n Zirkonylchloridlösung versetzt und 5 min mit Stickstoff durchspült. Nach Abstellen des Stickstoffstroms wird in Stickstoffatmosphäre der Diffusionsstrom bei —1,2 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode gemessen. Dann werden 0,5 ml 1 n Eisen(II)-sulfatlösung (27,8 g Heptahydrat mit Wasser und 1 ml konz. Schwefelsäure zu 200 ml gelöst) zugefügt, es wird erneut 5 min mit Stickstoff behandelt und abermals der Diffusionsstrom bei —1,2 V gemessen. Der beobachtete Unterschied des Diffusionsstroms ist der Nitratkonzentration direkt proportional, sofern der Eisen(III)-Ionengehalt der Fe^{II}-Lösung als Korrektur berücksichtigt wird und diese nicht mehr als 10% beträgt.

Der Nitratgehalt von Leitungswasser und biologisch gereinigtem Wasser wird auf diese Weise quantitativ erfaßt. Bei Analyse von Rohabwasser muß die Messung des Diffusionsstromabfalls mit dem Abfall in der mit einer bekannten Nitratmenge versetzten Lösung verglichen werden. Die Genauigkeit des Verfahrens liegt bei 2—3% bei Gehalten zwischen $2 \cdot 10^{-6}$ bis $2{,}5 \cdot 10^{-3}$ % Nitratstickstoff. Nitrit stört infolge seiner Reaktion mit Eisen(II)-sulfat.

Die gleiche Grundlösung verwenden auch W. A. Lawrance und R. M. Briggs[3] zur *polarographischen Nitratbestimmung in Wasser*. Auf Grund der angestellten Untersuchungen wird jedoch hervorgehoben, daß nicht allein die Einhaltung des Potentials —1,2 V für die Genauigkeit und Zuverlässigkeit der Methode entscheidend ist, daß vielmehr nicht weniger entscheidend eine sehr sorgfältige Reinigung der Capillare und des Polarographiergefäßes ist, da Reste des gebildeten weißen Niederschlags als unsichtbarer, schwer löslicher Film an den Wandungen fest haften bleibt und nur durch konz. Salpetersäure einwandfrei entfernt werden kann.

[1] Chem. Listy 47, 903—904 (1953) [Tschechisch]. Akad. Wissensch., Prag.

[2] Analyt. Chemistry 25, 878—881 (1953). Rutgers Univ., New Brunswick, N.J.

[3] Analyt. Chemistry 25, 965—966 (1953). Bates College, Lewiston, Maine (USA).

Durch Schlamm und Plankton wird die Nitratwelle unterdrückt, ebenso durch wenige Tropfen 0,01%ige Gelatinelösung. Da Eisen(III)-Ionen stören, wird Aluminiumchlorid zur Ausflockung empfohlen, dessen Wirksamkeit die gleiche ist. Sulfide, Disulfide und Mercaptane reagieren mit Quecksilber und stören daher ebenfalls. Bereits 10—5% Schwefelwasserstoff machen die Analyse völlig unzuverlässig. Die besten Ergebnisse werden bei Wassern mit p_H 6—6,4 erhalten. Chloroform, das vielfach zur Stabilisierung entnommener Proben verwendet wird, stört nicht, ebensowenig stört Phosphat bis zu einem Gehalt von $2{,}5 \cdot 10^{-3}$%. Liegt der Nitratgehalt unter 10 –5%, so wird zweckmäßig mit bekanntem Nitratzusatz (20fache Menge) gearbeitet. Der Fehler der Analyse liegt für 10^{-5} bis 10^{-3}% Nitratstickstoff bei 2%, bei durch Ausflockung vorbehandelten Proben steigt er auf 5%.

D. T.-Wh. Chow und R. J. Robinson[1] haben die zuerst von I. M. Kolthoff, W. E. Harris und G. Matsuyama[2] beobachtete, durch Uranyl-Ionen katalysierte Nitratreduktion als Grundlage zu einer neuen Methode der *polarographischen Bestimmung von Nitrat in Meerwasser* verwendet. Fügt man zu 100 ml nitrathaltigem Wasser 5 ml $2 \cdot 10^{-3}$ m Uranylacetatlösung und 1,5 ml m Salzsäure und polarographiert den Nitratgehalt, so ist der Diffusionsstrom bei — 1,2 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode und bei Vergleich mit einer Leerprobe dem Nitratgehalt proportional, auch dann, wenn der Chloridgehalt, wie in Meerwasser, zwischen 14 und 19‰ schwankt. Ist Sulfat zugegen, dessen Gehalt im Meerwasser stets in enger Beziehung zum Chloridgehalt steht, so bleibt die Proportionalität erhalten, sofern er sich in den Grenzen hält, wie sie im Meerwasser vorkommen. In künstlichem Meerwasser mit 19‰ Chlorid gilt: $i = 1{,}17 \cdot 10^{-2}\ m^{2/3}\ t^{1/6} \cdot c$ für c in μg-Atom NO_3 im Liter. Liegt der Chloridgehalt unter 14‰ so muß eine gesonderte Eichkurve verwendet werden oder das Sulfat mit Strontium gefällt werden. Für sulfatfreies Wasser gilt dann: $i = 1{,}35 \cdot 10^{-2}\ m^{2/3}\ t^{1/6} \cdot c$.

Der p_H-Wert muß in den Grenzen 0,005—0,02 m entsprechend gehalten werden. Fluorid stört und muß daher durch Zusatz von Aluminium- oder Zirkonchlorid komplex gebunden werden. Nitrat liegt in der Regel unter 10 μg-Atom im Liter vor, so daß keine merkliche Störung eintritt. Auch der Phosphatgehalt ist in Meerwasser in der Regel zur Fällung von Uranyl-Ionen unzureichend. Eine Störung durch den Eisengehalt wurde nicht beobachtet. Aufbewahrung der Proben in Kunststoffflaschen führt zu erheblichen Fehlern. Bei längerem Aufbewahren der Probe bis zur Analyse wird ein Zusatz von 2 ml Chloroform je 300 ml Probe empfohlen, das bei üblicher Belüftung mit Stickstoff mit vertrieben wird. K. Cruse.

Ein Verfahren zur polarographischen Analyse von Pyrrhotin beschreibt S. Ďurovič[3]. Unter Zugrundelegung der Arbeitsweise von W. W. Cooper und P. Matern[4] sowie J. Mozžiš[5] fällt man in einem Teil der zu untersuchenden Lösung Eisen und Mangan in Gegenwart von Pyridin bei p_H 5—5,5 als Hydroxyde und kann dann im Filtrat Cu, Ni, und die Summe Zn + Co in einem einzigen Polarogramm bestimmen. Die getrennte Bestimmung von Zink und Kobalt ist nicht möglich. In einem zweiten Teil der ursprünglichen Lösung polarographiert man nach Zusatz von Triäthanolamin in alkalischem Medium. Man kann selbst kleine Mengen Mangan neben einem Eisenüberschuß genau feststellen. Größere Mengen Kupfer müssen vor der Mangan-

[1] J. Marine Res. **12**, 1—12 (1953). Chem. Oceanogr. Lab., Univ. of Washington, Seattle, Wash. (USA).

[2] J. Amer. chem. Soc. **66**, 1782 (1944); vgl. diese Z. **129**, 287 (1949); **141**, 445 (1954).

[3] Chem. Listy **47**, 499—502 (1953) [Slowakisch]. Techn. Hochschule Prag.

[4] Analyt. Chemistry **24**, 572 (1952); vgl. diese Z. **137**, 438 (1952/53).

[5] Sborník I. mezinárodního polarogr., Sjezdu v Praze **1**, 638 (1951); vgl. diese Z. **140**, 359 (1953).

Eisenbestimmung durch Ausfällen mit Zink entfernt werden. — *Ausführung.* Man löst 1 g des fein gepulverten Erzes wie üblich in 10 ml eines Gemisches von 3 T. Salpeter- und 1 T. Salzsäure, raucht wiederholt mit Salzsäure ab, nimmt schließlich mit 2 ml konz. Salzsäure auf und füllt im 100 ml-Meßkolben mit Wasser zur Marke auf. (Etwa unzersetzt gebliebenes Material ist vorher in bekannter Art mit Soda aufzuschließen und die Lösung mit der Hauptmenge zu vereinigen.) Je 5 ml der Lösung aus dem Meßkolben pipettiert man in je einen weiteren Meßkolben, versetzt im ersten mit 5 ml Pyridinlösung (40 ml konz. Salzsäure + 100 ml Pyridin + 0,2 g Gelatine, mit Wasser auf 1 l ergänzt), im zweiten Kolben mit 5 ml 0,5 m Triäthanolaminlösung und 5 ml 5 m Natronlauge und läßt beide Kolben unter wiederholtem Schütteln einige Zeit stehen. Von der über dem Niederschlag befindlichen klaren Lösung im ersten Kolben polarographiert man eine passende Menge nach Durchleiten eines inerten Gases und erhält die zwei Kupferstufen bei + 0,05 V und —0,25 V, die Nickelstufe bei —0,78 V und die Zink-Kobaltstufe bei —1,07 V (gemessen gegen die gesätt. Kalomelelektrode). Die Lösung im zweiten Kolben muß vollkommen klar sein. Sie gibt die Manganstufe bei —0,49 V, die Eisenstufe bei —1,0 V (gegen die Normalkalomelelektrode). Die Auswertung erfolgt an Hand von Polarogrammen ähnlich zusammengesetzter Lösungsgemische von Standardlösungen, die gleichzeitig aufgenommen werden. H. Kurtenacker.

Als Ausgangspunkt zur Entwicklung einer Methode zur *polarographischen Bestimmung von Verunreinigungen in metallischem Calcium* haben G. F. Reynolds, H. I. Shalgosky und T. J. Webber[1] zunächst die Polarographie kleinster Zusätze von Cu, Cr, Ni, Pb, Cd, Fe und Mn zu hochkonzentrierter (5 m) Calciumchloridlösung als Grundlösung untersucht. (Unter diesen Bedingungen würde 1 Teil Verunreinigung in 100000 Teilen Calcium beim Auflösen des Calciums in Salzsäure zu 5 m Lösung einen Metallgehalt von etwa 2 μg/ml liefern.) Die polarographische Analyse derartiger Lösungen ist durch die hohe Viscosität und die hohe ionale Konzentration nicht unerheblich erschwert.

Ausgehend von Calciumcarbonat werden mit Salzsäure 5 m Calciumchloridlösungen (10 ml) hergestellt, deren p_H-Wert mit Natronlauge auf $\pm$ 0,75 Einheiten so eingestellt wird, daß die metallische Verunreinigung klar gelöst ist. Da die p_H-Bestimmung in dieser Konzentration unzuverlässig ist, wird der p_H-Wert 10fach verdünnter Lösungen als Maßzahl verwendet. Der mit dem Cambridge-Registrierpolarograph gemessene Diffusionsstrom sowie die nach J. E. B. Randles[2] gemessene Spitzenhöhe des oscillographischen Polarogramms erfüllen die Ilkovič-Gleichung nicht. Wird aber berücksichtigt, daß der Diffusionskoeffizient ungeladener Moleküle nach D. M. Brasher und R. F. Jones[3] der Viscosität umgekehrt proportional verändert wird, und wird diese Beziehung auf kleine, geladene Ionen übertragen[4], d. h. wird der Diffusionsstrom bei der gegenüber Wasser auf das 4,85fache erhöhten Viscosität der Lösungen durch den Faktor $(1/4{,}85)^{1/2}$ korrigiert, so stimmen die registrierpolarographisch ermittelten Diffusionsströme mit den nach Ilkovič berechneten überein. Die Spitzenhöhen nach Randles erreichen bei Pb ebenfalls 100% dieses berechneten Wertes, bei Cd nur 95%, bei Cu 85%, bei Mn 80%, bei Cr 70% und bei Ni nur 35%. Die Abweichungen dürften, wie P. Delahay[5]

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) 8, 558—563 (1953). Min. of Supply, Royal Arsenal, London.

[2] Trans. Faraday Soc. **44**, 322 (1948).

[3] Trans. Faraday Soc. **42**, 775 (1946).

[4] Vgl. H. A. McKenzie: Commonwealth Australia, Council sci. ind. Res. J. **21**, 210 (1948).

[5] J. physic. Coll. Chem. **54**, 630 (1950); vgl. diese Z. **135**, 40 (1952); **139**, 204 (1953).

hervorgehoben hat, auf die Irreversibilität der Elektrodenreaktionen, beim anomalen Ni jedoch außerdem — wenn nicht hauptsächlich — auf die Kinetik der Elektrodenreaktion zurückzuführen sein, da mit einer Durchlaufgeschwindigkeit der polarisierenden Spannung von 0,3 V je Sekunde gearbeitet wird. Nähere Einzelheiten sollen noch berichtet werden.

Zufolge einer späteren Mitteilung[1] wird das Halbstufenpotential der konzentrationsproportionalen Cu-Stufe, in 5 m Calciumchloridlösung und gegen die Normalwasserstoffelektrode gemessen, bei $-0{,}085$ V gefunden (Elektrodenreaktion: $Cu + 2\,Cl^- \rightarrow CuCl^-_2 + e$) gegenüber dem berechneten Wert $+0{,}083$ V; für die Cd-Lösung wird zwischen p_H 1 und 9 $-0{,}56$ V gemessen. Die Cd-Spitzenhöhe ist der Konzentration direkt proportional. Ni und Cr stören nur bei kleinem p_H-Wert. Demgegenüber ist das Halbstufenpotential der Fe-Reduktion p_H-abhängig[2] und nur zwischen p_H 5 ($+1{,}05$ V) und 3,5 ($+0{,}95$ V) meßbar, so daß hierfür die p_H-Kontrolle wesentlich ist. Unterhalb p_H 3,5 stört eine Wasserstoffabscheidung, oberhalb p_H 5 tritt keine Spitze mehr auf. Mn zeigt ein Halbstufenpotential von $+$ 1,20 V (berechnet für die Reaktion $Mn \rightarrow Mn^{++} + 2e$ werden $+1{,}15$ V), welches am besten zwischen p_H 5 und 7,5 gemessen wird. In saurer Lösung (p_H unter 5) stören Cr, Fe und Nitrat, auch tritt dann Wasserstoffabscheidung auf[3].

G. B. Jones[4] stellte fest, daß die *polarographische Bestimmung von Kupfer und Zink in Pflanzenmaterial und Bodenproben* bei Verwendung von saurem Kaliumphthalat als Leitsalz verbessert werden kann. Unter diesen Umständen tritt die Cu-Reduktion bei $-0{,}10$ V, die Zn-Stufe bei $-1{,}01$ V, eine Wasserstoffstufe bei $-1{,}4$ V auf und die Cu-Zn-Analyse ist an einem einzigen Polarogramm abzulesen. Je nach Cu-Menge werden 1—2 g getrocknetes Pflanzenmaterial in Salpetersäure, Überchlorsäure und Schwefelsäure digeriert und die Kieselsäure wird abfiltriert. Nach Zugabe von 10 ml 5%iger Ammoniumcitratlösung (durch Extraktion mit Dithizon bei p_H 10 von metallischen Verunreinigungen befreit) und 3 Tropfen 0,1%iger alkoholischer Thymolblaulösung wird bis zum Umschlag nach blau mit Ammoniak versetzt und die Lösung dann erschöpfend mit 0,05%iger Lösung von Dithizon in Chloroform extrahiert, zuletzt wird 2mal mit Chloroform nachgewaschen. Nach Abdestillieren des Chloroforms aller Extrakte werden die Dithizonate mit 7 Tropfen Schwefelsäure, 20 Tropfen Salpetersäure und 2 Tropfen Überchlorsäure zersetzt. Der klare Rückstand wird abgeraucht, so daß sicher sämtliche Schwefelsäure entfernt ist. Ist Blei zugegen, so raucht man noch einmal mit Salzsäure ab, um vollkommene Auflösung in dem Trägerelektrolyten zu sichern. Der Rückstand wird in 2—3 ml 0,1 m Phthalatlösung[5] aufgenommen und von 0 bis $-0{,}6$ V für Cu, von $-1{,}0$ bis $-1{,}6$ V für Zn polarographiert. Blei kann ebenfalls bestimmt werden, wenn man den ersten Spannungsbereich bis $-0{,}8$ V ausdehnt. Ein großer Eisengehalt muß durch Extraktion mit Amylacetat nach J. E. Wells und D. P. Hunter[6] entfernt werden. Co, welches ebenfalls stört, wird unschädlich gemacht, indem man es nach Einstellen der Lösung auf p_H 9,8 –10 durch

[1] Reinolds, G. F., H. I. Shagesky und T. J. Webber: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **9**, 91—96 (1953). Ministry of Supply, Roy. Arsenal, London.

[2] Es handelt sich um die Elektrodenreaktion $Fe^{II} \rightarrow Fe$, denn die Reduktionsstufe für $Fe^{III} \rightarrow Fe^{II}$ liegt außerhalb des Meßbereichs.

[3] Vgl. Meites, L.: J. Amer. chem. Soc. **73**, 4115 (1951).

[4] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **7**, 578—584 (1952). Univ. Adelaide, Süd-Australien.

[5] Herstellung: Eine 2%ige Kaliumhydrogenphthalatlösung, die 0,01% Gelatine enthält, wird durch Zugabe von festem KOH auf p_H 5 gebracht.

[6] Analyst (London) **73**, 671 (1948).

Zugabe von 5 ml 1%iger alkoholischer Dimethylglyoximlösung in den in Chloroform unlöslichen Dimethylglyoximkomplex überführt. Die Halbstufenpotentiale sind gegen das Anodenpotential gemessen: Cu —0,26; Bi —0,39; Pb —0,56; Zn —1,27; Ni —1,3; und Co —1,4 V.

Die polarographische Bestimmung des Kupfergehaltes in Wein erfolgt nach I. Mareca-Cortés[1] zweckmäßig in Ammoniak-Ammoniumchloridlösung. Wird die Probe eine halbe Stunde mit Wasserstoff belüftet, dann wie üblich an der Quecksilbertropfkathode polarographiert und die Cu^{I}-Stufe ausgewertet, so läßt sich der Kupfergehalt durch Vergleich mit einer an Wein mit bekannten Kupferzusätzen aufgestellten Eichkurve durch Verhältnisbildung quantitativ angeben.

Die polarographische Bestimmung von Vitamin B_1 (Thiamin) ist bisher in der Regel auf katalytischen oder oberflächenaktiven Wirkungen an der Quecksilbertropfelektrode aufgebaut worden und wenig spezifisch. R. Pleticha[2] hat daher das polarographische Verhalten thiaminhaltiger Lösungen erneut genauer untersucht, die Reaktionsmechanismen der verschiedenen polarographischen Stufen qualitativ geklärt und die folgende Arbeitsvorschrift für die Untersuchung pharmazeutischer Präparate angegeben. — Aus reinem, völlig trockenem Thiaminhydrochlorid oder aus Tabletten- bzw. Ampullenlösungen wird eine Lösung hergestellt, die etwa 1 mg Thiamin je ml enthält. 1,3 ml dieser klaren Lösung werden mit 4,7 ml 0,5%iger bzw. 5%iger Natronlauge (letztere bei Tablettenlösungen) vermengt, so lange mit Stickstoff durchspült, bis sich die ursprünglich gelbe Lösung entfärbt hat (Zerfall gebildeten Thiochroms in die SH-Form und Umwandlung der Thiolform in die des weißen stabileren Thiolsalzes) und dann von —0,2 bis —1,2 V mit getrennter Kalomelbezugselektrode kathodisch polarographiert. Bei frisch zubereiteten Lösungen enthält das Polarogramm dann eine charakteristische anodische Stufe bei —0,4 V, deren Höhe im Bereich $2{,}17 \cdot 10^{-4}$ bis $4 \cdot 10^{-3}$ m der Konzentration an Thiamin linear proportional ist, und eine weitere, von der Thiaminkonzentration ziemlich unabhängige, kleine kathodische Doppelstufe bei —1,0 V, die von einem Gehalt an der disulfidischen Form des Thiamins herrühren soll. Zur quantitativen Auswertung wird der anodisch-kathodische Gesamtstrom der Lösung zwischen den konstanten Potentialen —0,2 und —1,2 V verwendet und mit dem gleichen Gesamtstrom aus Eichaufnahmen verglichen. — An einer ganzen Reihe in- und ausländischer Präparate wird die Methode, die auf $\pm$ 3% genau ist, überprüft. Sie kann vorteilhaft zum Verfolgen der Alterung konzentrierter Injektionslösungen des Thiamins verwendet werden.

Zur polarographischen Bestimmung von Riboflavin (Vitamin B_2) gibt W. J. Seagers[3] folgende Methode an: Soll reines oder nur teilweise gereinigtes Riboflavin auf seinen Reinheitsgrad untersucht werden, so können 20—30 mg direkt in 5 ml 0,4 m Natronlauge aufgenommen werden. Die Lösung wird dann mit 20 ml einer Pufferlösung versetzt, die 0,2 m an Essigsäure, Borsäure und Phosphorsäure und 1,0 m an Kaliumchlorid ist, mit Wasser wird auf 50 ml aufgefüllt, so daß ein p_H-Wert von etwa 2,8 erhalten wird. Im Polarographiergefäß wird dann 5 min mit Stickstoff durchspült und schließlich zwischen 0 und —1,0 V polarographiert. Durch Vergleich mit Standardpolarogrammen wird quantitativ ausgewertet. — Handelt es sich um die Analyse von „*verflüssigtem*" Riboflavin, so werden 500 bis

[1] Inform. Quím. analit. **7**, 67—70 (1953). Sección Ferment. Industr., Patronata „Juan de la Cierva", Madrid.

[2] Pharmazie **8**, 387—392 (1953). Forsch.-Inst. Lebensmitteltechnol., Polarogr. Zentr.-Inst., Prag.

[3] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **42**, 317—318 (1953). Merck & Co., Inc., Rahway, N.J. (USA).

600 mg der Probe mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt und 10 ml dieser Lösung mit 10 ml Gemisch aus 0,4 m Natronlauge und der o. a. Pufferlösung im Verhältnis 1:4 vermischt und auf 50 ml aufgefüllt. Eine zweite 10 ml-Probe der Lösung wird vor dem Auffüllen mit etwa 20 mg Riboflavin als Standardlösung versetzt und als Vergleichslösung benutzt. — Vitaminmischungen oder verdünnte Lösungen werden vor der polarographischen Analyse — man nimmt je nach Riboflavingehalt 1—4 g — mit 50 ml Aceton und 50 ml 0,1 m wäßriger Salzsäure 5 min lang kräftig gemischt. Man läßt 20 min lang abkühlen und entnimmt der oberen Schicht zwei Proben von je 10 ml. Die eine wird mit 5 ml eines Gemisches aus der Aceton-Salzsäurelösung (4 Teile) und 0,4 m Natronlauge (1 Teil) versetzt, die zweite mit 5 ml der Riboflavinstandardlösung. Beide Lösungen werden dann polarographiert. – Die Methode erlaubt die Analyse auf $\pm$ 3% genau gegenüber einem Fehler von $\pm$ 2% bei der fluorimetrischen Bestimmung. K. Cruse.

M. Ortega-Mata[1] empfiehlt die polarographische Methode zur Bestimmung der Ascorbinsäure in pharmazeutischen Präparaten. Bei der Polarographie bewirkt Ascorbinsäure eine Welle der anodischen Oxydation bei + 0,3 V in einer Lösung aus gleichen Volumina Kaliumphthalat und 0,25%iger Oxalsäurelösung. Zwischen der Höhe der Wellen und den Ascorbinsäurekonzentrationen von 10—100 μg/ml besteht vollkommene Proportionalität. Der Ascorbinsäureverlust durch Luftoxydation beträgt 0,8% in 15 min und 74% in 24 Std. In pharmazeutischen Präparaten ist die Auswertung gut reproduzierbar, selbst bei Anwesenheit von Aspirin, Vitamin K_3, Chininsulfat usw. Auch in Gegenwart von Natriumthiosulfat gelingt die Bestimmung, wenn man die Ascorbinsäure mit absolutem Alkohol extrahiert. In Gelatinekapseln oder injizierbaren Lösungen ist die polarographische Auswertung der Ascorbinsäure in Gegenwart von Nicotinamid, Aneurin, Pyridoxin, A- und D-Vitaminen, Calciumgluconat und Histidin möglich. Grab.

Nach P. Zuman und Ž. Procházka[2] ist das polarographische Verfahren allen anderen Methoden zur *Bestimmung von Ascorbinsäure in Konzentraten von Ascorbigen* vorzuziehen. Außer der Ascorbinsäurestufe treten in den zu untersuchenden Konzentraten (aus Kohl, Kraut, Kartoffeln) zwei weitere Stufen (eine kathodische und eine anodische) auf. Die störende anodische Stufe wird durch Zugabe von Thallium-Ionen zu einem positiveren Potential verschoben, so daß die Ascorbinsäurestufe sich besser entwickelt. Man bringt das zu untersuchende Konzentrat im übrigen mit Schwefelsäure auf eine Konzentration von 1% H_2SO_4, erhitzt zwecks Hydrolyse unter Durchleiten eines inerten Gases (N_2 oder CO_2) 5 min im siedenden Wasserbad, kühlt unter weiterem Durchleiten von Gas ab, versetzt 0,5—1,0 ml der Lösung mit 4 ml m Acetatpuffer (p_H 4,7) und polarographiert (t = 3,1 sec, m = 1,98 mg/sec). Gegenüber der polarographischen Methode hat die visuelle Titration mit 2,6-Dichlorphenolindophenol den Nachteil des unscharfen Endpunktes, die potentiometrische Titration erfordert wegen der langsamen Potentialeinstellung 2—3 Std Zeit, das amperometrische Verfahren eignet sich für kleine Mengen Ascorbinsäure gut, ist aber weniger spezifisch als die Polarographie.
H. Kurtenacker.

Die direkte polarographische Bestimmung von Zink in Insulin wird von R. Přibil und Z. Roubal[3] an Stelle der bisher angewendeten Dithizonmethode[4] vor-

[1] An. Real. Acad. Farmac. **16**, 107—116 (1950) [Spanisch]. Inst. de Quím.-Fís. „A. de G. Rocasolano", Madrid.

[2] Chem. Listy **47**, 357—362 (1953) [Tschechisch]. Zentrales polarograph. Inst. Prag.

[3] Chem. Listy **46**, 492—493 (1952) [Tschechisch]; Coll. czechoslov. chem. Commun. **18**, 366—369 (1953). Forsch.-Inst. Pharm., Biochem., Prag.

[4] Vgl. Pharmacopeia, United States of America **14**, 799 (1950).

geschlagen. Die Verf. fanden, daß in 4 n Ammoniak Insulin leicht löslich und die polarographische Zinkstufe in dieser Lösung am besten ausgebildet ist. Die Eichkurve gewinnt man mit Hilfe einer Zinksulfatlösung bekannten Gehalts unter gleichen Bedingungen. — *Ausführung.* Etwa 0,1 g Substanz spült man mit 4 n Ammoniak in einen 25 ml-Meßkolben und füllt damit zur Marke auf. 5 ml dieser Lösung pipettiert man in ein KALOUSEK-Gefäß und ergänzt mit 4 n Ammoniak auf 10 ml. Man versetzt mit 2 Tropfen 0,5%iger Gelatinelösung und polarographiert nach Durchleiten von Stickstoff bei hoher Empfindlichkeit. Man kann das Verfahren auch als Mikroverfahren zur Untersuchung von 20—30 mg Insulin verwenden. — Von Injektionsflüssigkeiten nimmt man 5 ml, die mit 8 n Ammoniak auf 10 ml ergänzt werden. Hierauf wird wie vorerwähnt verfahren. Die Resultate, verglichen mit jenen der Zinkbestimmung in der Asche, sind sehr gut. H. FREYTAG.

Das polarographische Verhalten des Isonicotinsäurehydrazids wurde von G. VARELA[1] untersucht. Gemessen wurde zwischen —1,2 und —1,8 V. In 0,1 n KCl-Lösung liegt das sehr genau reproduzierbare Halbwellenpotential bei — 1,50 V (17° ± 0,5° C). Es besteht lineare Beziehung zwischen Konzentration und Stufenhöhe. Man kann noch 0,1 μg Hydrazid/ml bestimmen. Das Verfahren eignet sich auch zur Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid in pharmazeutischen Zubereitungen.

IRMGARD SCHWEITZER.

Amperometrische Titrationen. *Die Bestimmung von Thorium* durch Titration mit Ammoniummolybdatlösung nach A. A. SMALES und L. AIREY[2] wurde von L. GORDON und C. R. STINE[3] auf die Thoriumbestimmung in Gegenwart seltener Erden (Monazitsand) ausgedehnt: Man titriert an der Quecksilbertropfelektrode (t = 3,66 sec, m = 1,603 mg Hg sec^{-1}, also $m^{2/3}\,t^{1/6}$ = 1,699 mg$^{2/3}$ sec$^{-1/2}$) bei —0,95 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode gemessen) in 2,5 m Kochsalzlösung, die 7% Eisessig enthält und die frei von Perchlorat, Nitrat und Sulfat sein muß. Zur Analyse wird die Probe (etwa 50—150 mg Th und bis zu 850 mg seltene Erden enthaltendes Chloridgemisch) mit 125 ml 5 n Kochsalzlösung unter Zusatz von 17 ml Eisessig aufgenommen und auf rund 200 ml verdünnt. Die Lösung wird mit 20%iger Natriumacetatlösung auf p_H 1,5 eingestellt und dann zu 250 ml ergänzt. 50 ml dieser Lösung werden 15 min mit Stickstoff belüftet und mit Ammoniummolybdatlösung (6 g Tetrahydrat in 1000 ml, mit 8-Oxychinolin eingestellt) titriert. Vor jeder Ablesung wird mindestens 2 min mit sehr reinem Stickstoff von neuem belüftet.

Monazitsand wird nach L. GORDON, C. H. VANSELOW und H. H. WILLARD[4] vorbehandelt, doch werden die Oxalate in reiner Salpetersäure ohne Überchlorsäurezugabe gelöst und mit verdünnter Salpetersäure (1:3) aus einem Filtertiegel an Stelle eines Filters herausgewaschen. Die Nitrate müssen dann durch mehrfaches Abrauchen mit Salzsäure vollständig in Chloride übergeführt werden. — Die Genauigkeit der Bestimmung beträgt im Mittel ± 1,5%.

ST. T. HIROZAWA und R. C. BRASTED[5] geben ein neues Verfahren zur *amperometrischen Titration von Amidosulfonsäure und deren Salzen* an, das gleichzeitig eine neue Methode zur verkürzten Ausführung amperometrischer Titrationen bedeutet.

[1] An. Real Soc. españ. Física Quím., Ser. B, **48**, 713—715 (1952). Centro Técnico de Farmacobiología. Facultad de Farmacia de Madrid. C.S.I.C. (Spanien).

[2] Atom. Energy Res. Establ., Harwell (England), C/M 131.

[3] Analyt. Chemistry **25**, 192—194 (1953). Univ., Syracuse, N.Y. (USA).

[4] Analyt. Chemistry **21**, 1323 (1949); vgl. diese Z. **130**, 73 (1949/50); **132**, 125 (1951).

[5] Analyt. Chemistry **25**, 221—226 (1953). Univ. Minnesota, Minneapolis, Minn.

— Da Sulfaminsäure polarographisch nur an der Wasserstoffwelle bei —1,5 V[1] erkennbar ist, ihre Salze aber weder in neutraler noch basischer Lösung bis —2,0 V an der Quecksilbertropfkathode reduziert werden, da aber Nitritlösungen nach B. Keilin und J. W. Orvos[2] in Gegenwart von Uranyl-Ionen polarographisch an der Stufe bei —0,93 V quantitativ analysierbar sind, ist die amperometrische Bestimmung auf der Umsetzung von Amidosulfonsäure und ihren Salzen mit Nitrit aufgebaut.

Für eine nach herkömmlicher Weise ausgeführte amperometrische Titration werden 5 ml Stammlösung G (0,03 m Lösung von Amidosulfonsäure oder einem ihrer Salze) zu 25 ml Lösung A (0,12 m KCl, 0,012 m HCl und 0,00024 m Uranylacetat im Liter) gegeben und 15 min mit gereinigtem Stickstoff belüftet. Dann wird nach jeder Nitritzugabe (0,1 m Natriumnitritlösung) 1 min belüftet, der Diffusionsstrom gemessen und auf den Äquivalenzpunkt interpoliert. Nach diesem Verfahren erhält man jedoch selbst bei Einhalten gleicher Volummengen und bei Verwenden der stets gleichen Nitritlösung nur sehr ungenaue Ergebnisse sobald weniger als 7 mg Amidosulfonsäure vorliegen. Es wird daher die folgende abgewandelte Methode verwendet: Zunächst wird gesondert die Titrationshorizontale, die „Reaktionslinie", bestimmt, indem 25 ml Lösung A und 5 ml Lösung G 15 min belüftet und während der ersten 10 min dieser Zeitspanne 0,1—0,2 g Amidosulfonsäure zugesetzt werden, die dann mit Nitrit amperometriert werden. Man erhält auf diese Weise eine Reaktionslinie, die sich über einen großen Konzentrationsbereich geradlinig mit schwacher Neigung erstreckt und als Basis für sämtliche Titrationen verwendet werden kann, sofern stets die gleiche Nitritlösung, gleiche Temperatur, gleiche Elektrolytkonzentration und gleiche Capillardaten ($m^{2/3}$ $t^{1/6}$) eingehalten werden. Soll eine Analyse ausgeführt werden, so ist demnach lediglich die Ermittlung des Diffusionsstroms im Nitritüberschußgebiet an etwa vier Punkten erforderlich, aus dem dann rückwärts geradlinig auf der „Überschußlinie" auf den Äquivalenzpunkt extrapoliert werden kann. Eine Abweichung des Grundstroms von dem der Bezugslösung ist leicht durch Korrektur zu eliminieren.

Amidosulfonsäure wird bis hinab zu 1 mg mit einem Fehler von —0,76% erfaßt, wenn das Nitrit frei von Nitrat ist, welches die Neigung der Reaktionslinie verändert und dadurch größere Fehlbeträge verursacht. Ebenso stören sämtliche leichter reduzierbaren Substanzen und solche, die wie Phosphat-Ionen oder Bariumchlorid Fällungen hervorrufen oder selbst zu starke Oxydanzien sind.

Das Problem der Reaktionslinie wird eingehend diskutiert. Auf die Verwendung von Amidosulfonsäure *zur amperometrischen Bestimmung von Nitrit* wird hingewiesen. K. Cruse.

Die Verwendung von Metallelektroden mit hohem negativem Potential bei amperometrischen Titrationen und deren Anwendung zur *Schwefelbestimmung im Pyrit* beschreiben M. Ishibashi und T. Fujinaga[3] im Anschluß an bisher veröffentlichte Arbeiten über amperometrische Titrationen[4]. Sie geben folgende Elektrodenpotentiale der Metallelektroden gegen die Standard-Kalomelelektrode an (s. S. 446).

Diese Elektroden besitzen im Gegensatz zur Hg-Elektrode ein konstantes Potential und stellen somit für die speziellen Zwecke der Amperometrie sehr günstige Indicatorelektroden dar. Man kann ohne Kalomelektrode und Quecksilberanode amperometrische Titrationen nur mit einer Quecksilbertropfelektrode und einer

[1] Alle Angaben gegen die gesätt. Kalomelelektrode gemessen.

[2] J. Amer. chem. Soc. **68**, 2665 (1946); vgl. auch I. M. Kolthoff, W. E. Harris und G. Matsuyama: J. Amer. chem. Soc. **66**, 1782 (1944); vgl. diese Z. **129**, 287 (1949); **141**, 439 (1954).

[3] Bull. chem. Soc. Japan **25**, 142—144 (1952) [Englisch], Univ. Kyoto.

[4] Ishibashi, M., und T. Fujinaga: Bull. chem. Soc. Japan **23**, 229 (1950).

Elektrode	Potential	Reduzierbare Ionen
Ag/gesättigte KCl-Lösung	—0,08	Ag^+, Hg^+, Fe^{+++}, CrO_4^{--}
Cu/gesättigte KCl-Lösung	—0,325	Bi^{+++}
Cd/gesättigte KCl-Lösung	—0,820	Cu^{++}, $Cu(NH_3)_4^{++}$
Zn/gesättigte KCl-Lösung	—1,120	Cd^{++}, Pb^{++}

Metallelektrode ausführen. — *Schwefelbestimmung im Pyrit.* Der Schwefel wird zu Sulfat oxydiert, das man mit Bleisalzlösung amperometrisch titriert. — Man löst etwa 1 g Pyrit in 20 ml Königswasser und dampft die Lösung bis fast zur Trockne ein. Durch weiteres Abrauchen mit konz. Salpetersäure wird die Oxydation des Schwefels zum Sulfat quantitativ. Jetzt löst man in 20 ml Wasser und erhitzt mit 10 ml Natronlauge. Nach dem Abfiltrieren und Waschen mit heißem Wasser wird die Fällung wieder in heißer 3 n Salpetersäure gelöst und nochmals mit Natronlauge gefällt. Die beiden Filtrate werden in einem 100 ml-Meßkolben mit Wasser bis zur Marke verdünnt, ein aliquoter Teil mit 3 n Salpetersäure gegen Phenolphthalein neutralisiert und nach dem Zufügen des gleichen Volumens Alkohol mit 0,1 n $Pb(NO_3)_2$-Lösung titriert. Dabei verwendet man die Zink/gesättigte KCl-Elektrode. Während die Gegenwart von n $NaNO_3$-Lösung keinen Einfluß auf die Titration hat, hängt die Genauigkeit des Ergebnisses stark vom p_H-Wert der Lösung ab. Deshalb soll vor der Alkoholzugabe auf p_H 3—5 eingestellt werden. K. Brodersen.

B. E. Gordon und R. S. Urner[1] haben eine *amperometrische Schnellmethode zur Bestimmung von Sulfit und Sulfat in Petroleumsulfonaten* ausgearbeitet, die gegenüber gravimetrischen Methoden bei gleicher Genauigkeit nur den fünften bis zehnten Teil der Zeit erfordert. Zur Untersuchung werden 5 g Sulfonat mit Benzol zu 50 ml ergänzt; 1 ml dieser Lösung wird mit 5 ml Amylalkohol und 2 ml 0,1 n Ammoniumperchloratlösung vermischt und dann etwa 10 min zentrifugiert. Die klare Lösung wird in das Amperometriergefäß übergeführt, mit Wasser auf genau 4 ml ergänzt und mit 6 ml Isopropylalkohol vermischt. Nach Zugabe von 2 Tropfen Methylrotlösung wird mit 0,1 n Überchlorsäure bis zum Umschlag nach rot versetzt[2]. Enthält die Probe weniger als 0,8% anorganische Salze, so wird mit einer Lösung von 2,3326 mg Bleinitrat im Liter 60%igem Isopropylalkohol (1 ml entspr. 1 mg Natriumsulfat) titriert, bei höheren Gehalten mit 5- oder 10fach konzentrierterer Lösung, nicht ohne daß zuvor 10—15 min mit Stickstoff durchspült wurde, der an 60%igem Isopropylalkohol gesättigt ist. Die Titration erfolgt am besten bei einem Potential der Tropfelektrode von —0,8 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode und in 0,1 ml-Zugaben, zwischen denen jeweils 2 min mit Stickstoff durchspült wird.

Handelt es sich um die Analyse von Petroleumsulfonaten mit einem Äquivalentgewicht über 400 und z. B. nur 0,47% anorganischen Bestandteilen neben 60% Sulfonat und dem Rest als Öl, so ist die Vorschaltung einer Extraktion erforderlich, zu der 10 g Konzentrat mit 100 ml Benzol vermischt werden, und wovon dann unverzüglich 1 ml in Amylalkohol (6 ml) aufgenommen wird, der 15% Benzol enthält. Mit 2 ml 0,1 n Ammoniumperchloratlösung wird dann extrahiert. Bei Schmierölen mit einem Sulfit-Sulfatgehalt bis zu 6% hat sich dieses Verfahren sehr gut bewährt.

Für Sulfonate mit einem Äquivalentgewicht unter 400 muß stets mit nur mäßig verdünnter Bleinitratlösung (1 ml entspr. 5 mg Natriumsulfat) amperometriert werden. Die größere Löslichkeit derartiger Sulfonate verursacht andernfalls Störungen durch Fällung von Bleisulfonaten, so daß die Methode dann stark an Zuverlässigkeit verliert. K. Cruse.

[1] Analyt. Chemistry **25**, 897—901 (1953). Shell Oil Co., Martinez, Calif. (USA).

[2] Bei gefärbten Lösungen wird mit einem p_H-Meter gearbeitet ($p_H = 6$).

Die amperometrische Bestimmung von Fluor-Ion gründen C. R. Castor und J. H. Saylor[1] auf die polarographische Aluminiumbestimmungsmethode von H. H. Willard und J. A. Dean[2]. Bei dieser wird der Diffusionsstrom der mit Überschuß an Pontachrom Violett SW versetzten Aluminiumlösung gemessen. Es zeigen sich 2 Stufen, von welchen die um etwa 0,2 V negativer liegende Stufe in ihrer Höhe der Aluminiumkonzentration streng proportional ist. Die Höhe der ersten Stufe ist der Konzentration des überschüssigen, nicht komplex gebundenen Farbstoffs proportional. Castor und Saylor ersetzen den obigen Farbstoff durch den sich ähnlich verhaltenden, in Wasser aber viel leichter löslichen Farbstoff Superchrome Garnet Y (Natriumsalz der Resorcinazo-2-oxybenzol-5-sulfonsäure). Wird die Lösung des Aluminiumkomplexes dieses Farbstoffs einer Fluoridlösung zugesetzt, so bildet sich AlF_6^{3-}-Ion und der Farbstoff wird frei. Man mißt nach jedem Zusatz der Komplexlösung die Höhe des Diffusionsstromes bei einem angelegten Potential von — 0,370 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode). Bei diesem Potential wird nur der freie Farbstoff und nicht der Aluminiumfarbstoffkomplex reduziert. Die Diffusionsstärke wächst also proportional mit dem Betrag an freigegebenem Farbstoff. Nach Erreichen des Äquivalenzpunktes bleibt der Diffusionsstrom konstant. Man erhält also zwei gradlinige Kurvenäste (mAmp. ml Reagens), deren Schnittpunkt dem Äquivalenzpunkt entspricht.

Die Analysenergebnisse von 18 Untersuchungen an Fluoridlösungen mit 2,00 bis 8,00 mg F^- in 100 ml Lösung sind befriedigend. Bei einem Probengewicht von 0,1 bis 1,0 g erfaßt die Methode 0,2—80% Fluor. Sie reicht bis zu Mikrogrammen. Befriedigend sind auch mit einigen Einschränkungen die Ergebnisse von Fluoridlösungen, denen eine Reihe anderer Kationen und Anionen zugesetzt wurde, so z. B. PO_4^{3-}, SO_4^{2-}, SiO_3^{2-}, As^{3+}, Be^{2+}, B^{3+}, Cd^{2+}, Ca^{2+}, Cu^{2+}, Co^{2+}, Fe^{3+}, Pb^{2+}, Mg^{2+}, Mn^{2+}, Ni^{2+}, Th^{4+}, V^{5+}, Zn^{2+}, Zr^{2+}. — Bei PO_4^{3-}, sowie in stärkerem Maße auch bei Co^{2+}, Fe^{3+}, Ni^{2+}, Th^{4-}, V^{5+} und Zr^{2+} treten Störungen auf. Es werden Über- und Unterwerte an F^- gefunden. Bei Zr^{2-}, V^{5-}, Ti^{3-}, Ni^{2-}, sowie H_3BO_3 findet überhaupt keine Unterbrechung der Titrationskurve statt. Die Ionen können aber entweder durch Elektrolyse an einer Quecksilberkathode oder durch eine Willard-Winter-Destillation zuvor beseitigt werden.

Einzelheiten der Durchführung und des Gerätes werden beschrieben.

A. Schleicher.

Über die mikroanalytische, amperometrische Bestimmung von Schwermetallen (Ag, Cu^{II}, Hg^{II}, Cd und Pb) in pharmazeutischen Produkten berichten A. D. Cooper und M. W. Green[3]. Es wird das bekannte Verfahren von Kolthoff und Harris[4] angewendet, das nur unwesentlich ergänzt wird, und nach dem die Reaktion von Silber und anderen Schwermetallen mit n-Dodecylmercaptan in 0,0003 n alkoholischer Lösung zum entsprechenden Mercaptid ausgenutzt wird. Der Überschuß an Mercaptan wird amperometrisch an der rotierenden Platinelektrode mit 0,01—0,001 n Silbernitratlösung bei —0,23 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode in ammoniakalischer Lösung (zwecks Vermeiden einer Silberfällung) zurücktitriert. Zur Titration werden 5 ml dest. Wasser und 8 ml absol. Alkohol mit der Probelösung gemischt, die maximal 50 μg Schwermetall enthalten kann, es werden 5 ml Mercaptanlösung, dann 2 ml 2,5 m Ammoniumnitratlösung in Wasser-Alkohol 1 : 1, dann 0,3 ml m Natriumhydrogensulfitlösung und 0,5 ml konz. Ammoniak, letztere beiden kurz vor Beginn

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1369—1371 (1952). Duke Univ., Durham, N.C. (USA.).

[2] Analyt. Chemistry **22**, 1264 (1950); vgl. diese Z. **133**, 439 (1951).

[3] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **42**, 1—6 (1953). Univ. of Wisconsin, Madison, Wisc. (USA).

[4] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 161 (1946); vgl. diese Z. **128**, 314 (1948).

der Titration zugesetzt. Der Schwermetallgehalt wird durch Vergleich mit einer Leerprobe bestimmt. Natürlich ist die Analyse nur in pharmazeutischen Chemikalien und Produkten möglich, die nicht selbst bei —0,23 V bereits als Depolarisatoren wirken. Fe und andere Metalle, die sehr schwer lösliche Hydroxyde bilden, können nach dieser Methode nicht bestimmt werden. Der Fehler der Bestimmung liegt bei ± 0,5%, wenn die Konzentration der verwendeten Silberlösung und die Bürettenteilung auf den zu analysierenden Metallgehalt richtig abgestimmt sind.

Zur amperometrischen Bestimmung von organisch gebundenem Schwefel haben Ch. L. Rulfs und A. A. Mackela[1] die folgende Vorschrift angegeben: 12—15 mg Substanz werden mit 75—100 mg Bleinitrat in ein Carius-Rohr gefüllt, kurz vor dem Zuschmelzen werden 8 Tropfen (0,4 ml) Salpetersäure zugefügt. Wenigstens 1,5 Std wird dann bei 280° C zur Überführung des Schwefels in Bleisulfat erhitzt. Nach Druckausgleich wird das Rohr (12—14 mm Durchmesser) 10 cm vom Boden abgeschnitten und dieses Röhrchen dann mit 5 ml Wasser wenigstens 5 min in siedendem Wasserbad erhitzt. Nach Abkühlen und weiteren 15 min im kalten Wasserbad wird zentrifugiert (2 min), mit 5 ml Wasser wieder aufgerührt und abermals zentrifugiert. Der gewaschene Niederschlag wird dann mit 2—2,5 ml Acetatpufferlösung (3,6 m an Essigsäure und 1,0 m an Ammoniumacetat; p_H = 4,2) erwärmt, so daß das Bleisulfat sich löst; dann wird auf 100 ml aufgefüllt. Nach guter Durchmischung werden 25 ml entnommen, 10 min mit Stickstoff belüftet und an der Quecksilbertropfelektrode oder an der rotierenden Platinelektrode bei —0,8 V gegen die gesättigte Kalomelelektrode mit (ebenfalls mit Stickstoff belüfteter) 0,005 m Dichromatlösung in 0,5 ml-Portionen amperometriert (nach jeder Zugabe wird mit Stickstoff durchmischt) und der Äquivalenzpunkt graphisch interpoliert. Der Schwefelgehalt von Cysteinhydrochlorid, Cystin, Sulfanilsäure, Thioharnstoff, Allylthioharnstoff und Benzidinsulfat wird im Mittel mit einem Fehler ± 0,1% erhalten. (Maximalfehlerbreite ± 0,45%.) Die Löslichkeit von Bleichlorid und -bromid ist so groß, daß beide durch ausreichendes Waschen vom Bleisulfat getrennt werden, die Analyse also nicht (wie Jodide) stören. Wird der Schwefel katalytisch verbrannt, so läßt sich die Analysendauer noch verkürzen. K. Cruse.

Coulometrische Titrationen. E. Greuter[2] hat über die *Grundlagen der Coulometrie als Analysemethode* berichtet und weist in diesem Zusammenhang besonders auf die Leistung dieses Verfahrens bei Mikroanalysen hin. Da heute dem Chemiker hinreichend konstante netzbetriebene und einfach zu bedienende Stromversorger des Handels zur Verfügung stehen, sollte diese Leistungsfähigkeit auch stärker ausgenutzt werden.

Eine ausführliche Zusammenstellung bisher angewendeter coulometrischer Titrationen (61 Literaturzitate) gibt P. S. Tutundžić[3]. Die Vorzüge dieses Verfahrens — es erübrigen sich Titereinstellungen, Aufbewahrung und Probleme der Zubereitung von Standardlösungen, Verwendung von Büretten — und die außerordentlich hohe erzielbare Empfindlichkeit (bis zu 10^{-12} Äquivalente sind gut nachweisbar, und eine weitere Steigerung scheitert allein an der Endpunktanzeige, da elektrisch noch erreichbare kleinere Dosierungen von 10^{-17} Äquivalenten[4] nicht ausgenutzt werden können) sowie die Möglichkeit einer weitgehenden Automatisierung von Analysen

[1] Analyt. Chemistry **25**, 660—662 (1953). Univ. of Michigan, Ann Arbor, Mich.

[2] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **44**, 200—205 (1953). Metrohm AG., Herisau (Schweiz).

[3] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **8**, 168—181 (1953). Techn. Hochschule Belgrad (Jugoslawien).

[4] Cooke, W. D., C. N. Reilley u. N. H. Furman: Analyt. Chemistry **23**, 1662 (1951); vgl. diese Z. **137**, 370 (1952/53).

stellen die Grundlage des Vorschlags dar[1], die Volumetrie, d. h. die analytische Chemie nicht mehr auf der Einwaage von Ursubstanzen aufzubauen, sondern das Coulomb an Stelle chemischer Substanzen als Ursubstanz in die Volumetrie einzuführen.

Als Beispiel zu diesem Vorschlag wird von P. S. Tutundžić und S. Mladenović[2] die *coulometrische Bestimmung von Thiosulfat* sowie die schnelle und genaue Titerfeststellung von Thiosulfatlösungen mittels coulometrischer Titration behandelt. Sorgt man dafür, daß Anolyt (2—10 ml 0,1 n Thiosulfatlösung in 80 ml Wasser zuzügl. 0,2 -1 g Jodkalium je 100 ml) und Katholyt (schwach saure 1—2%ige Kaliumchloridlösung) durch eine Agar-Kaliumchloridbrücke oder durch eine Glasfritte getrennt sind und der Katholyt nach einigen Bestimmungen wiederholt wieder angesäuert wird, enthält der Anolyt auch etwas lösliche Stärke, so beobachtet man mit Annäherung der Titration, d. h. also des Stromflusses, der an einem Milliamperemeter möglichst auf 0,01 mAmp ablesbar verfolgt wird, an den Endpunkt der Titration an der Anode (spiralförmige glatte Platinelektrode 0,7 × 45 mm) tiefblaue Schlieren, die anfangs bei mäßigem Rühren des Anolyten wieder verschwinden, dann immer weiter in die Lösung eindringen und schließlich im Endpunkt deutlich und plötzlich zu einer gleichmäßigen schwachen Blaufärbung führen und dadurch den Endpunkt anzeigen. Mit einer gewöhnlichen Stoppuhr und sogar ohne automatische Regelung des Stromflusses liegt der mittlere Fehler der Bestimmung zwischen ± 0,02 und ± 0,20%. Wird der geringe Überschuß an Jod mit einem Tröpfchen verdünnter Thiosulfatlösung entfernt, so kann in der gleichen Lösung direkt die nächste Titration ausgeführt werden. Es muß nur dafür gesorgt sein, daß die Konzentration des Anolyten an Kaliumjodid nicht unter 10^{-3} n sinkt. Je nach Feinheit der Stromregelung und Zeitmessung können auch Mikro- und Submikroanalysen ausgeführt werden, ohne daß Jodlösungen hergestellt werden müssen, was grundsätzlich unter den gleichen Bedingungen elektrolytisch ebenfalls möglich ist.

P. S. Farrington, D. J. Meier und E. H. Swift[3] haben *coulometrische Titrationen an Kupfer(II)-bromidlösungen* ausgeführt, in denen elektrolytisch erzeugtes Brom als Oxydans bzw. Cu^{I} als Reduktans verwendet werden, bei denen daher auch eine Rücktitration möglich ist. — Werden zwei Platin-Indicatorelektroden in die Lösung getaucht und wird — ähnlich wie bei der Dead-stop-Methode nach C. W. Foulk und A. T. Bawden[4] — eine Potentialdifferenz von etwa 200 mV angelegt, so wird in einer bromidhaltigen Lösung nur dann anodisch Brom erzeugt, wenn Brom auch an die Kathode gelangen kann. Dann fließt ein der Bromkonzentration im Kathodenraum proportionaler Indicatorstrom, der an einem hinreichend empfindlichen Galvanometer abgelesen wird[5]. Umgekehrt ist bei großer Cu^{II}-Konzentration und relativ kleiner Cu^{I}-Konzentration der Indicatorstrom durch die Diffusion des Cu^{I} an die Anode begrenzt und somit ein Maß der Cu^{I}-Konzentration. Enthält also eine Lösung z. B. 5 ml 1,01 F Kupferlösung (Sulfat), 5 ml 3 F Schwefelsäure und 7,5 ml 6,0 F Natriumbromidlösung in 45 ml und werden 60 mV an die Indicatorelektroden angelegt, so kann eine Analyse ausgeführt werden, wenn z. B. zuerst Cu^{I} elektrolytisch erzeugt und dabei der Indicatorstrom sekundlich notiert wird, der ein Minimum durchläuft. Da dieses Minimum und der Äquivalenzpunkt nur bei gleicher Empfindlichkeit beider Elektroden zusammenfallen, wird zweckmäßig mit

[1] Tutundžić, P. S.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) 8, 182—183 (1953).

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) 8, 184—191 (1953). Techn. Hochsch., Belgrad.

[3] Analyt. Chemistry 25, 591—595 (1953). Calif. Inst. of Technology, Pasadena.

[4] J. Amer. chem. Soc. 48, 2045 (1926); vgl. diese Z. 86, 260 (1931); 89, 183 (1932).

[5] Meier, D. J., R. J. Myers u. E. H. Swift: J. Amer. chem. Soc. 71, 234 (1949); vgl. diese Z. 134, 38 (1951/52).

einem Bezugswert gearbeitet (Indicatorstrom bei einem geringen, geeichten Bromüberschuß), bis zu dem Blindprobe und Analysenprobe titriert werden.

Es wird die Berechnung von Gleichgewichtskonstanten aus dem Indicatorstrom eingehend erörtert. K. Cruse.

Die Bestimmung von Thallium(I) durch eine coulometrische Titration mit elektrolytisch entwickeltem Brom oder Chlor schlagen R. P. Buck, P. S. Farrington und E. H. Swift[1] vor. Der Endpunkt wird amperometrisch durch Messung des Stromes zwischen 2 weiteren in die Lösung tauchenden Platinelektroden, die ein konstantes Potential von 200 mV (für Brom) bzw. 300 mV (für Chlor) besitzen, bestimmt[2]. Die Genauigkeit der Bestimmung von 93—1900 μg Tl^{I} beträgt etwa $\pm$ 0,1% und übertrifft somit die colorimetrische Tl-Bestimmung.

Oxydierende oder reduzierende Verunreinigungen in den Reagenzien müssen durch eine Blindtitration ermittelt und in Rechnung gestellt werden. Zur Titration mit Brom wird aus einer perchlorsauren KBr-Lösung $10 \cdot 10^{-8}$ bzw. $1 \cdot 10^{-8}$ Äquivalente je Sekunde Br_2 entwickelt, zur Titration mit Chlor entwickelt man elektrolytisch aus salzsaurer Lösung Cl_2. Am Äquivalenzpunkt tritt ein sprunghafter Anstieg des Stromflusses von z. B. 3 μAmp auf 50 μAmp zwischen den auf 200 mV gehaltenen Pt-Elektroden auf, da nunmehr das entwickelte Br_2 (bzw. Cl_2) nicht mehr zur Bildung eines Tl^{III}-Halogenidkomplexes verbraucht wird. K. Brodersen.

W. N. Carson jr.[3] hat die *Bestimmung von Uran* durch Titration nach Shipley zu einer *coulometrischen Titration* ausgebaut. Uran wird schnell und quantitativ in salzsaurer Lösung an Blei zum vierwertigen Ion reduziert und dann leicht und quantitativ durch elektrolytisch erzeugtes Brom mit Eisen als Katalysator wieder oxydiert. Da die Anwesenheit größerer Chloridmengen den Titrationsendpunkt verschlechtert, wird mit Bromwasserstoffsäure gearbeitet. Bromwasserstoffsäure (konz.) eignet sich auch in der Siedehitze zur Entfernung störender Oxydanzien (Nitrat, Dichromat, Permanganat). Störende Reduktanzien (Sulfid, Formiat, auch Oxalat) werden zuvor durch Brom beseitigt. — Etwa 0,01—7 mg U in 2 ml Probe (das Optimum des Verfahrens liegt bei 0,1 mg), die 3 m an Bromwasserstoffsäure sein müssen, werden mit einem lebhaften Strom eines inerten Gases, das sehr sorgfältig mit Chrom(II)-sulfat nach J. A. Shaw[4] sauerstofffrei gemacht ist, von Sauerstoff befreit. Die Lösung wird dann mit einer Geschwindigkeit von 5 ml/min auf eine 12,5 cm lange Säule aus Bleigranalien gegeben (das Blei ist durch ein 100 Maschensieb gesiebt). Man läßt zur Desorption etwa festgehaltener Urananteile noch dreimal 2—3 ml 0,02 m Eisenchloridlösung (3 m an Bromwasserstoff) nachfließen, mit der zuvor das Probengefäß ausgespült wurde. Schließlich läßt man noch einmal 3 ml Eisenchloridlösung nachfließen, so daß sich 12—15 ml Lösung in dem mit Schliff angeschlossenen Titrierkölbchen ansammeln, das unter Sauerstoffabschluß gehalten wird (100 ml Kohlendioxyd in der Minute). In das Titrierkölbchen sind zwei Indicator-Platinelektroden nach C. N. Reilley, W. D. Cooke und N. H. Furman[5] sowie die Generatorelektrode eingebaut, letztere als Anode, die eine durch Silicagelbrücke getrennte Kathode mit enthält. Da bei 95° C titriert werden muß, ist ein Rückflußkühler aufgesetzt. Nach Erhitzen auf 95° C (bei 90° C gelingt die Titration bereits nicht mehr) wird so lange mit der von W. N. Carson und R. Ko[6] beschriebenen Anordnung elektrolysiert, bis die Indicatorelektroden eine

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1195—1197 (1952). Calif. Inst. of Techn., Pasadena.
[2] Vgl. diese Z. **134**, 38 (1951/52).
[3] Analyt. Chemistry **25**, 466—470 (1953). General Electric Co., Richland, Wash.
[4] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **6**, 479 (1934).
[5] Analyt. Chemistry **23**, 1223 (1951); vgl. diese Z. **136**, 130 (1952).
[6] Analyt. Chemistry **23**, 1019 (1951); vgl. diese Z. **136**, 129 (1952).

Potentialdifferenz von 200 mV anzeigen. In kleinen, 5 sec währenden Stromstößen wird dann bis zum scharfen Spannungsabfall zu Ende titriert. As, Sb, Cr, F, J, Mo, Pt, Sn, Ti und V stören die Analyse und müssen entfernt werden. F kann durch Zr komplex gebunden, Cr kann durch Vortitration eliminiert werden. Höchste Reinheit der Substanzen ist erforderlich. Da Bromwasserstoff z. B. 0,5 mg U/l enthalten kann, muß mit Blindproben gearbeitet werden. Proben mit 7 mg Uran werden auf $\pm$ 0,3%, 0,03 mg-Proben auf $\pm$ 6% erfaßt. Proben mit weniger als 0,5 mg werden zweckmäßig zur Oxydation etwa vorhandener Anteile dreiwertigen Urans und zur Entfernung letzter Sauerstoffspuren nach Durchlaufen des Bleireduktors einige Minuten erhitzt. Die Titration läßt sich auch automatisieren[1].

N. H. Furman, C. E. Bricker und R. V. Dilts[2] beschreiben, wie *die coulometrische Titration von Uran(IV) mit elektrolytisch erzeugtem Cer(IV)* ausgeführt wird, das dazu dient, Fe^{II}, welches durch U^{IV} entstanden ist, wieder zu oxydieren. (Die Eisenoxydation gelingt elektrolytisch nicht 100%ig.) Zur Reduktion des höherwertigen Urans zum vierwertigen dient 26%iges Cadmiumamalgam, das durch Eintragen von Cadmium in 100 g Quecksilber in 20 ml siedender 6 n Schwefelsäure (bis zur Sättigung) und nach Erkalten unter stetem Rühren als feinkörniges Produkt erhalten wird. Es wird in einer Säule verwendet, die bei 0,5—5 mg Uran auf 6 × 100 mm, bei 25 μg bis 0,5 mg U auf 4,5 × 100 mm und bei 5—25 μg U auf 3,5 × 100 mm dimensioniert ist. Hier wird das Amalgam mit n Schwefelsäure eingesetzt und sorgfältig 5 min mit Kohlendioxyd durchspült. Wird nun die Uranlösung mit einer Geschwindigkeit von 25 Tropfen je Minute durch die Säule gerieselt, in einem Gemisch von 2,5 ml 5%iger Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung mit 10 ml gesättigter Cersulfatlösung (beide in 3 n Schwefelsäure) und 2 Tropfen konz. Schwefelsäure aufgefangen (welches zuvor 15 min mit Kohlendioxyd durchspült wurde), so kann die Titration — wie bei W. N. Carson (s. o.) beschrieben — mittels Generatoranode (Pt-Ir) und Indicatorelektrode, die gegen eine Bleiamalgam-Bleisulfatelektrode geschaltet ist[3], ausgeführt werden. Auch hier muß gegen eine Blindprobe verglichen werden. Der Analysenfehler beträgt bei Proben mit 25 μg U etwa 9%. In einer entsprechenden Mikroapparatur werden 5 μg auf durchschnittlich 8%, 10 μg auf 5% genau wiedergefunden. Eisen, Wolfram, Molybdat und Substanzen, die durch Cadmiumamalgam reduziert werden, stören.

Zur indirekten Bestimmung von Chlorid und Bromid nebeneinander, allgemein zur indirekten Analyse solcher Elemente, deren Abscheidungspotentiale sehr benachbart liegen, die sich aber im Atomgewicht deutlich unterscheiden, schlagen W. M. McNevin, B. B. Baker und R. D. McIver[4] die *„coulogravimetrische" Bestimmung* vor, die sich aus den beiden Beziehungen ergibt:

$$\text{Zunahme d. Gew. a. d. Anode} = \text{Gew. an Cl} + \text{Gew. an Br} = w,$$

$$\text{Strommenge/F} = \text{Gesamtäquivalente (Cl + Br)} = m = \frac{\text{Gew. Cl}}{35{,}46} + \frac{\text{Gew. Br}}{79{,}92}.$$

Mit einem 100 ml-Knallgasvoltameter (0,1739 ml Gas je Coulomb[5]) und Platinnetzelektroden (1 Std bei 250° C getrocknet; Anode mit 5 g Ag versilbert; sie wird nach zwei Versuchen durch Schaltung als Kathode regeneriert; Nachversilberung ist selten erforderlich) wird nach der Vorschrift von Lingane und Small[5] gearbeitet.

[1] Carson, W. N.: Analyt. Chemistry **25**, 226 (1953).

[2] Analyt. Chemistry **25**, 482—486 (1953). Univ. Princeton, N.J. (USA).

[3] Cooke, W. D., C. N. Reilley u. N. H. Furman: Analyt. Chemistry **23**, 1662 (1951); vgl. diese Z. **137**, 370 (1952/53) und vorstehendes Referat.

[4] Analyt. Chemistry **25**, 274—277 (1953). State Univ., Columbus, Ohio (USA).

[5] Vgl. J. J. Lingane u. L. A. Small: Analyt. Chemistry **21**, 1119 (1949); vgl. diese Z. **132**, 134 (1951).

Eine Probe von rund 5 mVal Halogen wird also in 100 ml eines Gemisches, das sowohl in bezug auf Natriumacetat als auch in bezug auf Essigsäure 0,2 m ist, bei einem Potential von 0,22 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode), zuletzt 10—20 min bei 0,25 V elektrolysiert, bis der Stromfluß unter 0,5 mAmp sinkt. Die Elektroden werden hierauf gewaschen, bei 250° C getrocknet und gewogen. Dann wird der Cl-Gehalt nach der Gleichung:

$$\text{Gew. Cl} = 0{,}7975\,(79{,}92\,m - w)$$

berechnet. Da stets etwas Silber kathodisch abgeschieden wird (0,5—1,5 mg), muß um diesen Betrag korrigiert sein. Bei einem Verhältnis von Cl:Br zwischen 1:10 und 5:1 und bei absoluten Cl-Mengen von 30—150 mg beträgt der mittlere Fehler 0,3 mg für Cl und 0,5 mg für Br. Stets wird natürlich das im Überschuß vorhandene Halogen mit der größeren Genauigkeit erfaßt. K. Cruse.

Papierchromatographie. *Die Theorie der Papierchromatographie* wird von D. P. Burma[1] diskutiert. Verf. untersuchte das *Verhalten von Aminosäuren* bei der Chromatographie mit Alkohol-Wassergemischen und stellte dabei fest, daß die experimentell ermittelten R_f-Werte nicht mit denen übereinstimmten, die aus den Verteilungskoeffizienten berechnet wurden. Außerdem wurde gefunden, daß Filtrierpapier aus wäßrigen Lösungen von Aminosäuren nicht nur Wasser bindet, sondern auch Aminosäuren adsorbiert. Verf. kommt zu dem Schluß, daß bei der papierchromatographischen Trennung von Stoffgemischen neben dem primären Verteilungseffekt auch die Adsorption eine nicht zu vernachlässigende Rolle spielt.
H. Sperlich.

Zur Auswertung von Papierchromatogrammen mit *Flecken farbloser, im UV-Licht kräftig absorbierender Verbindungen* haben E. Treiber und H. Koren[2] das Beckman-Photometer in folgender Weise angewendet. Das getrocknete Papyrogramm wird in einem Metallrahmen eingespannt, so daß es zentimeterweise zwischen Monochromator und der durch eine passende Blende abgedeckten Photozelle vorbeigezogen werden kann. Wenn das Gerät genügend eingebrannt ist und sich ein konstanter Dunkelstrom eingestellt hat, wird bei der gewünschten Wellenlänge mit „Spaltbreite" und „Empfindlichkeit" am Anzeigeinstrument „Null" eingestellt, der Ausschlag je 0,5 cm Verschiebung kompensiert, und aus den Meßtrommelwerten und der Papierverschiebung die Absorptionskurve gezeichnet. Bei der Messung wird das Papier also nicht erst transparent gemacht. — Messungen an Kakothelin und Methylorange als Testsubstanzen, bei 350 bzw. 450 mμ gemessen, lieferten R_f-Werte, die mit visuellen Bestimmungen vollkommen übereinstimmten. K. Cruse.

Bor in Mineralwasser bestimmt K.-E. Quentin[3] *nach papierchromatographischer Isolierung colorimetrisch mit Carminsäure.* In einer größeren Versuchsreihe wurden das zur Chromatographie geeignetste Papier und Lösungsmittelgemisch ermittelt und weiter festgestellt, daß das aufsteigende Verfahren wegen schärferer Begrenzung der mit Curcuma sichtbar gemachten Borsäureflecken dem absteigenden vorzuziehen ist. Von den untersuchten Papieren erwies sich die Marke 2045b von Schleicher & Schüll am günstigsten, von den Entwicklungsflüssigkeiten eine Mischung von 95 Vol% Aceton und 5 Vol% konzentrierter Salzsäure und zur Bildung einer förderlichen Atmosphäre ein gesondert aufgestelltes Gemisch von 95 Vol% n-Propylalkohol und 5 Vol% konzentrierter Salzsäure. Es zeigte sich, daß unter den Versuchsbedingungen fast alle Bestandteile von Mineralwässern dicht an der Lösungs-

[1] Analyt. Chemistry **25**, 549—553 (1953). Bose Res. Inst., Calcutta (Indien).
[2] Mh. Chem. (Wien) **84**, 478—481 (1953). Univ. Graz.
[3] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **95**, 305—313 (1952). Univ. München.

mittelfront wandern (R_f-Werte von 0,90), daß die Kieselsäure am Start beinahe stehen bleibt (R_f-Wert 0,10) und daß die Borsäure sich völlig isoliert etwas oberhalb der Mitte der feuchten Strecke hält (R_f-Wert 0,60). *Ausführung der Bestimmung.* Am Start der Papierstreifen läßt man 0,1 ml der Wasserprobe eintrocknen und entwickelt die Chromatogramme mit den genannten Lösungsmittelgemischen während 4 Std. Besprüht man die Streifen nach dem Trocknen an der Luft nacheinander mit Curcumaextrakt (10 g gepulverte Curcumawurzel mit 100 ml 70%igem Alkohol 2 Std unter Rückfluß kochen) und verdünnter Salzsäure (D 1,06) und hängt sie vor einem geöffneten, 100° C heißen Trockenschrank auf, so gibt sich die Borsäure nach einigen Minuten durch einen rotbraunen Fleck zu erkennen. Hatte man neben der Mineralwasserprobe Lösungen mit bekannten, abgestuften Borsäuremengen, etwa mit 0,1, 1, 5 und 10 μg B, gleichzeitig chromatographiert, so kann man durch Vergleichen der Flecken den ungefähren Borsäuregehalt des Mineralwassers abschätzen. Nach diesem Vorversuch wiederholt man die Chromatographie auf 5 Papierstreifen mit je etwa 5 μg B enthaltenden Mineralwassermengen, stellt an 2 Streifen mit Curcuma die Lage der Borsäure fest, schneidet aus den 3 anderen jeweils den borhaltigen Teil aus und extrahiert daraus nach der Methode der absteigenden Chromatographie die Borsäure mit Wasser in kleine Glasschälchen. Die Extrakte verdünnt man auf je 2 ml, setzt 2 Tropfen konzentrierte Salzsäure und 10 ml konzentrierte Schwefelsäure hinzu, läßt abkühlen und versetzt mit 10 ml Carminsäurelösung (50 mg Carminsäure in 100 ml konzentrierter Schwefelsäure; vor Gebrauch 24 Std stehen lassen). 45 min nach dem Vermischen mißt man die Extinktion. Die Borwerte entnimmt man einer unter denselben Bedingungen mit 0—15 μg B hergestellten Eichkurve. Die untere Nachweis- und Bestimmungsgrenze der Methode beträgt ungefähr 0,1 μg Bor. F. Neumann.

Auf den Ergebnissen von D. E. Laskowski und W. C. McCrone[1] aufbauend haben Qu. Fernando und J. P. Phillips[2] die *papierchromatographische Trennung von Kationen an mit 8-Oxychinolinderivaten imprägniertem* Whatman *Nr. 1-Papier* untersucht und folgende Ergebnisse mitgeteilt: Die von Laskowski beobachteten R_f-Werte bei Imprägnierung mit 8-Oxychinolin sind auf ± 0,04 Einheiten reproduzierbar. Wird Papier mit 2-Methyl-, 3-Methyl-, 4-Methyl-, 2-Phenyl-, 2-Styryl-8-oxychinolin oder mit 8-Oxychinolin-5-sulfosäure in 0,5—2%iger Lösung in Pyridin oder Äthanol 2—3 Std imprägniert, an der Luft getrocknet, werden dann 0,02 ml Kationlösung (Chloride von Bi, Cd, Co, Fe, Sulfate von Al, Cu, Ni und Zn, je 1 mg Kation im ml) in 1,5 cm Entfernung von der Entwickleroberfläche aufgetragen, wird 16—20 Std bei 25° C mit Pyridin oder mit Äthanol entwickelt und dann der R_f-Wert

R_f-Werte von Kationen nach Fernando und Phillips.

Kation	Substituent						
	8-Oxychinolin	2-Methyl	3-Methyl	4-Methyl	2-Phenyl	2-Styryl	5-Sulfosäure
Fe^{+++} . .	0,98	0,89	0,93	0,92	0,10	0,18	0
Co^{++} . .	0,95	0	0,92	0,91	0,92	0,10	0
Ni^{++} . .	0,76	0,90	0,91	0,91	0,91	0,10	0,05
Cu^{++} . .	0	0	0	0	0,84	0	0
Cd^{++} . .	0	0	0	0	0,12	0,05	0
Zn^{++} . .	0,05	0,07	0,08	0,05	0,79	0,06	0,05
Al^{+++} . .	0,94	0,73	0,92	0,84	0	0	0,06
Bi^{+++} . .	0,63	0,71	0,90	0,37	0,15	0,40	0

[1] Analyt. Chemistry **23**, 1579 (1951); vgl. diese Z. **136**, 290 (1952).
[2] Analyt. Chemistry **25**, 819—820 (1953). Univ. Louisville, Ky. (USA).

bestimmt, so erhält man zum Teil sehr bezeichnend von der Imprägnierung mit 8-Oxychinolin abweichende Ergebnisse. Z. B. wandert Fe^{III} bei Imprägnierung mit dem 2-Phenylderivat auffallend wenig. Imprägnierung mit dem 2-Methylderivat bewirkt Erniedrigung aller R_f-Werte (Al ist hier als gelber Fluorescenzfleck kenntlich), mit der Sulfosäure imprägniertes Papier drückt fast alle R_f-Werte auf $< 0{,}1$ herab. Das 3-Methyl-, 2-Phenyl- und 2-Styrylderivat sind in ihrem Verhalten dem 8-Oxychinolin vergleichbar, mit 4-Methyl-8-oxychinolin werden sämtliche R_f-Werte fast 1.

Bei Entwickeln mit Äthanol erhält man noch bezeichnendere Unterschiede, wie die Tabelle auf Seite 453 zeigt.

W. F. Pickering[1] hat die *Papierchromatographie von* Ag^+, Pb^{++}, Hg^{++}, Cd^{++}, Bi^{3+}, Zn^{++}, Co^{++} *und* Ni^{++} unter Verwendung alkoholischer KCN-Lösung als Entwickler eingehend auf die Abhängigkeit der R_f-Werte von der Konzentration des Metallions sowie von der des KCN untersucht. Das Beispiel ist von besonderem Interesse, da hier offensichtlich auch die chemische Reaktion — Cyanidbildung und Komplexbildung —, von der durch den Alkoholzusatz stärker differenzierten Löslichkeit unterstützt, zum Ausdruck kommt. R_f, nach dem Anstiegsverfahren auf Whatman-Papier Nr. 1 gemessen und durch Anfärben mit Schwefelwasserstoff oder durch andere geeignete Reagenzien charakterisiert, ist von der Konzentration des Metall-Ions in 0,1 n KCN-Lösung in 50%igem Alkohol relativ wenig abhängig (bei Hg ist R_f überhaupt konstant) und besitzt in der Regel mit steigender Verdünnung wachsende Tendenz, die bei Silber am auffälligsten ist. Da nach G. V. Kowkabany und H. G. Cassidy[2] R_f mit der Löslichkeit des gebildeten Reaktionsproduktes steigt, da die Cyanide schwer und die Komplexe leicht löslich sind, ist R_f von der KCN-Konzentration äußerst charakteristisch in der Weise abhängig, daß es für Ag, Cu, Cd, Ni und Co in verdünntem Entwickler stets klein ($< 0{,}2$—$0{,}3$), bei $3 \cdot 10^{-3}$ m KCN-Entwickler aber fast sprunghaft zu hohen Werten ansteigt ($> 0{,}8$). Hg und Pb zeigen nur sehr geringe R_f-Veränderungen, und bei Bi ändert sich R_f überhaupt nicht mit der KCN-Konzentration. Die Fleckengröße zeigt ebenfalls charakteristische Abhängigkeit: sie ist in stark verdünntem KCN-Entwickler relativ groß, sinkt bis zur Konzentration 10^{-3} fast stetig ab, um dann nach Durchlaufen eines Maximums wieder abzufallen. Die Abhängigkeiten sind auch quantitativ deutbar. KCN ist somit zu quantitativen Trennungen von Kationen nicht ratsam.

Nach Versuchen von M. Lederer[3] lassen sich *seltene Erden papierchromatographisch am besten trennen*, wenn auf Whatman Nr. 1-Papier mit einem Gemisch aus Acetylaceton, Eisessig, Wasser und Butanol im Verhältnis 30:5:65:100 (in dem sich auch 5 mg der frisch gefällten Oxyde je ml lösen) und bei 60° C 2 Std. entsprechend einer Wanderung von 20 cm, entwickelt wird. Wird das gut getrocknete Chromatogramm zur Kennzeichnung in eine wäßrige Lösung von Alizarin S getaucht, so lassen sich an den violetten Flecken auf gelbem Grund folgende R_f-Werte ermitteln:

La 0,31	Eu 0,49	Yb 0,59
Ce 0,38	Gd 0,43	Ac (MTh 2) 0,08
Pr 0,38	Dy 0,62	Y 0,59
Nd 0,22	Ho 0,56	Sc 0,97
Sm 0,47	Er 0,60	

Niedrigere Temperatur führt zu Überlappung der Flecken, bei höherem Eisessiggehalt verlieren sich die R_f-Unterschiede. Die Reihenfolge der R_f-Werte erweist sich

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) 8, 344—350 (1953). N.S.W. Univ. of Technol., Newcastle (Australien).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 643 (1952); vgl. diese Z. **140**, 198 (1953).

[3] C. R. Acad. Sci. (Paris) **236**, 1557—1559 (1953).

gegenüber derjenigen aus elektrochromatographischen Versuchen[1] als deutlich verschieden. Sie hängt auch nicht, wie bei der Säulenchromatographie[2], vom Atomgewicht der Ionen ab.

Da die *papierchromatographische Bestimmung von Vanadium neben großen Titangehalten* nach den bisher angegebenen Verfahren von F. H. Pollard, J. F. W. McOmie und I. I. M. Elbeih[3] sowie von A. Lacourt, G. Sommereyns, E. de Geyndt, J. Baruh und J. Gillard[4] nicht gut möglich ist, verwendet M. Lederer[5] folgende Methode: 0,2 ml der mit einem Überschuß an H_2O_2 versetzten vanadium(V)- und titan(IV)-haltigen Lösung werden auf das Papier (Arches Nr. 302) aufgebracht und ansteigend in etwa 20 Std mit einer Mischung aus 10 ml konz. Salzsäure, 10 ml 30%igem Wasserstoffperoxyd, 80 ml Wasser und 100 ml Butanol entwickelt. Die rote Zone des Vanadiumperoxyds wandert dann schneller als die gelbe des Titanperoxyds, so daß 2 mg V neben 10 mg Ti noch deutlich getrennt werden. Molybdän (ebenfalls gelbe Zone) hat einen größeren R_f-Wert (R_f für Mo = 0,79, V = 0,27 und Ti = 0,09). Die R_f-Werte für Bi, Hg^{II}, Pb, Co, Ni, Cd, Mn, Cu, Cr, Al, Pd, Rh, Pt, Sb^{III}, Ag, Sn^{IV}, Ba, Sr, Ce, und Th nach dieser Methode sind die gleichen wie in Butanol-1 n-Salzsäure[6]. Nur Fe^{III} ist schneller (R_f = 0,35), Uran liefert verschiedene Zonen (Uranperoxyd und Uranyl-Ion mit R_f = 0 bzw. 0,20).

Die Peroxyde von Ti, V und Mo lassen sich auch papierelektrophoretisch nach der Methode von M. Lederer und F. L. Ward[7] trennen. In 0,5 n Salzsäure beobachtet man bei 110 V nach 50 min völlig getrennte Zonen: Ti (orange) 13 mm und V (rot) 3 mm in Richtung zur Kathode, 1 mm in Richtung zur Anode die gelbe Mo-Zone.

Zur quantitativen chromatographischen Nickelbestimmung hat S. V. Vaeck[8] ein interessantes neues Verfahren angegeben, das auf der Bestimmung der Reflektanz von Farbzonen aufgebaut ist. Man mißt bei der Wellenlänge, bei der die Reflexion ein Minimum besitzt. Es ist in der Chromatographie anorganischer Ionen allgemein anwendbar, vor allem dann, wenn es sich um die Analyse sehr langsam wandernder Ionen ($R_f < 0{,}1$) handelt. — Die *Nickelbestimmung* wird folgendermaßen ausgeführt: Von Standardlösungen (1—25 mg Ni je 100 ml) oder entsprechend konzentrierten Probelösungen in 3 n Salzsäure (Nitrat muß durch Abdampfen entfernt sein) werden 0,03—0,06 ml, entsprechend 0,5—11 µg Ni, auf Whatman-Papier Nr. 1, 23 × 23 cm, aufgetragen, so daß Startflecken von 30—33 mm Durchmesser entstehen. Man läßt bei Raumtemperatur trocknen, rollt die Bogen zum Zylinder und chromatographiert dann 2 Std nach R. J. Williams und H. Kirby[9] mit Aceton, das 10% 6 n Salzsäure enthält. Nach Trocknen an der Luft wird bei 60° C nachgetrocknet. Restsäure wird durch Bedämpfen mit Ammoniak neutralisiert. Durch Besprühen mit 0,05%iger Rubeanwasserstoffsäurelösung in 94%igem Alkohol (5% konz.

[1] Lederer, M.: C. R. Acad. Sci. (Paris) **236**, 200 (1953).

[2] Pollard, F. H., J. F. W. McOmie u. H. M. Stevens: J. chem. Soc. (London) **1952**, 4730; vgl. diese Z. **140**, 144 (1953).

[3] J. chem. Soc. (London) **1951**, 470; vgl. diese Z. **136**, 279, 280 (1952).

[4] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **34**, 215 (1949); vgl. auch Lacourt, A., G. Sommereyns u. G. Wantier: Analyst (London) **77**, 943 (1952); diese Z. **140**, 202 (1953).

[5] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **8**, 259—260 (1953). Inst. de Radium, Paris.

[6] Lederer, M.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **4**, 629 (1950); vgl. diese Z. **136**, 284 (1952).

[7] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 355 (1952); vgl. diese Z. **138**, 387 (1953).

[8] Nature (London) **172**, 213—214 (1953). Ministère, Affaires Econom., Brüssel.

[9] Science (New York) **107**, 481 (1948); siehe auch F. H. Burstall, G. R. Davies, R. P. Linstead u. R. A. Wells: J. chem. Soc. (London) **1950**, 516; vgl. diese Z. **137**, 36 (1952/53).

Ammoniaklösung enthaltend), die frisch bereitet sein muß, wird Nickel als rein blauer Fleck sichtbar (R_f = 0,03), der von Fe, Cu und Co mit hohen R_f-Werten deutlich getrennt ist. Dann werden die Ni-Flecken ausgeschnitten und bei 625 mμ auf ihre Reflektanz untersucht (Beckman DU-Spektrometer, 0,7 mm Spaltbreite). Als Standard (= 100%) wird das Papier aus einer Leerprobe mit 3 n Salzsäure verwendet. Bei Vergleich mit der Reflektanz von drei Eichproben (3, 10 und 20 mg Ni je 100 ml) erweist sich das Verfahren als erstaunlich genau. Liegen 10—25 mg Ni je 100 ml vor, so liegt die Abweichung einer Einzelbestimmung vom Mittelwert bei nur 1,5% und für 2—10 mg Ni je 100 ml bei 3%. Bei sehr geringen Ni-Gehalten (Stahlanalyse) wird ein Zusatz von 4% Acetylaceton zum Entwickler empfohlen.

F. H. Pollard, J. F. W. McOmie, H. M. Stevens und J. G. Maddock[1] haben im Rahmen ihrer Untersuchungen über die papierchromatographische quantitative Analyse anorganischer Ionen[2] ein Verfahren zur quantitativen *Bestimmung von Molybdän in Stahl und von Kupfer und Eisen in Messing* angegeben. — *Zur Molybdänbestimmung* wird 1 g einer Stahlprobe in 8 ml Königswasser gelöst. Die Lösung wird nahezu zur Trockne eingedampft, mit einem Minimum an warmer 2 n Salzsäure gelöst und mit Wasser auf 10 ml aufgefüllt. Von dieser Lösung werden etwa 0,15 bis 0,20 ml in 0,01 ml-Tröpfchen auf Whatman-Papier Nr. 1 entlang einer Startlinie aufgebracht, so daß zwei Proben bei der Entwicklung mit n-Butanol, das mit einem Gemisch aus 2 n Salpetersäure und 2 n Salzsäure im Verhältnis 1:1 äquilibriert ist, mit Sicherheit völlig getrennt laufen und später, nach 18stündigem Entwickeln nach der Absinkmethode (entsprechend einer Wanderung von etwa 35 cm), nach dem Trocknen in strömender warmer Luft und nach Besprühen mit Zinnchlorür-Kaliumrhodanidlösung (2 g Zinnchlorür, in 3 ml 10 n Salzsäure gelöst, werden kurz vor Gebrauch mit 3 g Kaliumrhodanid in 15 ml Wasser kalt gemischt, das Filtrat wird verwendet) als Indicatorstreifen dienen können. Dabei werden noch $4 \cdot 10^{-6}$ g Mo als orangerosa Fleck sichtbar. Die nach diesem Verfahren ermittelten R_f-Werte betragen für Cr 0,08, Co 0,09, Cu 0,11, Mn 0,11, U 0,25, V 0,18, Fe^{III} 0,14, für Fe^{III} mit Mo (1:1) 0,11, Ni 0,08 (mit Mo 1:1 nur 0,07), Mo 0,41 bzw. 0,47 bei Gegenwart von Fe^{III} (1:1). Ein Gehalt von 0,5% Benzoylaceton im Entwickler verbessert die Trennung, stört jedoch die anschließende colorimetrische Bestimmung des Molybdäns, zu welcher der durch die Indicatorstreifen angezeigte Bereich auf dem ungefärbten Parallelchromatogramm herausgeschnitten, zur Entfernung überschüssiger Säure und von Butanol noch nacherwärmt, zweimal leicht mit Ammoniak (0,88) besprüht und abermals getrocknet wird. Das Papier wird gerollt und mit einem Faden umbunden 30 min im Mikro-Soxhlet mit 20 ml Wasser extrahiert, der Extrakt auf 2 ml eingeengt, zentrifugiert, auf 4 ml verdünnt, mit 1 ml Sn^{II}-Chlorid-Kaliumrhodanidlösung versetzt und sofort in einer 0,5 cm-Küvette bei 490 mμ colorimetriert. — *Zur Bestimmung von Kupfer und Eisen in Messing* werden 1,5 g in 7 ml konz. Salpetersäure gelöst, überschüssige Säure wird abgedampft und die Lösung auf 10 ml verdünnt. In der beschriebenen Weise wird sodann das Chromatogramm mit n-Butanol entwickelt, das mit 0,5 n Salpetersäure äquilibriert ist und außerdem 2% Benzoylaceton enthält. Zur Colorimetrie wird der Extrakt mit 1 Tropfen konz. Salpetersäure versetzt und nach Zugabe einiger Kristalle Benzoylaceton mit Alkohol auf 25 ml verdünnt. Bei 680—800 mμ wird auf Kupfer, bei 480 mμ auf Eisen colorimetriert. Man findet nach diesem Verfahren im Mittel das Kupfer zu 99,2%, Eisen zu 98,6% wieder, wenn mit Leerstreifen verglichen, d.h. der Cu- und Fe-Gehalt des Papiers (etwa 0,1 mg Cu bzw. 0,01 mg Fe) berücksichtigt wird.

[1] J. chem. Soc. (London) **1953**, 1338—1341. Univ. Bristol.

[2] J. chem. Soc. (London) **1951**, 466, 470, 771, 1863; **1952**, 4730; vgl. diese Z. **136**, 279, 280 (1952); **140**, 144 (1953).

Zur Identifizierung organischer Säuren auf Papierchromatogrammen lassen sich, wie A. R. Jones, E. J. Dowling und W. J. Skraba[1] gezeigt haben, auch R_f-Werte heranziehen, sofern die Identifizierung nicht allein auf R_f-Werten in einem einzigen Lösungsmittelgemisch aufgebaut wird, sondern R_f-Werte in verschiedenen Systemen hierzu herangezogen werden. Die Möglichkeit eines Irrtums ist dann weitgehend ausgeschlossen. Darüber hinaus wird auf diese Weise die zeitraubendere zweidimensionale Entwicklung umgangen. — Zur Untersuchung der bei der Bestrahlung von wäßrigen Essigsäurelösungen mit γ-Strahlen (aus ^{60}Co) gebildeten Säuregemische wurden folgende Systeme verwendet: A. n-Butanol-Wasser-Diäthylamin 100:15:1 für flüchtige Säuren, B. Äther-Eisessig-Wasser 15:3:1, D. Pentanol-5 m-Ameisensäure 1:1, E. 2-Äthyl-1-butanol-5 m Ameisensäure 2:3 und F. 95%iger Alkohol-Wasser-konz. Ammoniak 8:1:1. Es wird ansteigend entwickelt, die Papiere tauchen dabei in die nichtwäßrige Phase. Bei leichtflüchtigen Säuren werden die Startpunkte zusammen mit Diäthylamin aufgebracht und es wird absteigend entwickelt. Die getrockneten Chromatogramme werden mit Indicatorlösung (0,05%ig an Bromphenolblau mit 200 mg Citronensäure je 100 ml für leicht flüchtige Säuren, andernfalls 0,04%ige natronalkalische Lösungen von Bromphenolblau, Chlorphenolrot oder Bromkresolgrün in Alkohol) besprüht, dann mit Infrarotstrahler ge-

Entwickler	B	D	E	F
Säure	R_f %			% R_f bezogen auf Äpfelsäure
Aconitsäure	72—77	67—69	60—64	—
Citraconsäure	58—64	66—68	53—57	125—126
Citronensäure	22—24	18—23	13—14	41— 42
Diglykolsäure	39—43	36—43	27—28	116—118
Dimethylbernsteinsäure	97—99	87—88	80—81	159—161
Fumarsäure	88—93	77—79	72—75	141—143
Glutarsäure	85—88	69—71	64—66	134—135
Glykolsäure	49—52	43—44	27—29	190—193
Itaconsäure	85—88	70—72	64—65	125—128
Milchsäure	65—67	58—61	—	—
Lävulinsäure	87—88	65—70	66—67	214—219
Äpfelsäure	32—37	27—32	17—18	100
Maleinsäure	30—32	52—54	34—36	100—106
Malonsäure	58—60	47—53	39—40	82— 83
Mesaconsäure	97—98	83—87	83—88	148—152
Methylbernsteinsäure	90—92	74—75	69—72	137—138
Brenztraubensäure	—	63—64	72—74	—
Bernsteinsäure	73—79	55—60	48—49	119—113
Weinsäure	12—16	13—15	4—6	89— 90
Tartronsäure	24—25	20—21	11—12	76— 80
Tricarballylsäure	59—62	52—54	37—40	58— 62

Diäthylaminsalze in Entwickler A	R_f %
Essigsäure	27—29
Propionsäure	40—42
Buttersäure	50—53
Valeriansäure	59—52

[1] Analyt. Chemistry **25**, 394—396 (1953). Nation. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA).

trocknet. Aus den in der Tabelle (S. 457) wiedergegebenen R_f-Werten sind deren charakteristische Verschiebungen ersichtlich, die eine Identifizierung ermöglichen.
K. Cruse.

Die papierchromatographische Trennung und Identifizierung höherer gesättigter Fettsäuren gelingt nach Y. Inouye und M. Noda[1], wenn man das Filtrierpapier mit schwerflüchtigen Benzinkohlenwasserstoffen (Kp 140—170° C) tränkt und als bewegliche Phase polare Lösungsmittel verwendet. Als solche bewähren sich besonders die Systeme 1. Methanol-Petrolbenzin (140—170° C) im Verhältnis 4:1; 2. Methanol-Aceton-Petrolbenzin (140—170° C) im Verhältnis 3:1:1. Als Sprühreagens dient eine 0,2%ige alkoholische Lösung von Bromkresolgrün, die mit KOH auf Blau eingestellt ist.

Zum papierchromatographischen Nachweis von primären, sekundären und tertiären Aminen in Pflanzen verwenden M. Steiner und E. Stein v. Kamienski[2] als Lösungsmittel Butanol-Wasser-Eisessig (50:49:1 oder 40:50:10). Die Sichtbarmachung der primären und sekundären Amine erfolgt mit Ninhydrin, der tertiären Amine durch 12stündiges Einwirken von Joddampf oder durch Besprühen mit Phosphormolybdänsäure, Auswaschen und Reduktion mit $SnCl_2$ (Blaufärbung). Zur Trennung der primären und sekundären Amine wird das Filtrierpapier mit Natriumacetat imprägniert[3].

Für die zweidimensionale papierchromatographische *Trennung von Aminosäuren* empfehlen A. L. Levy und D. Chung[4] folgendes Lösungsmittelsystem: 1. Butanol-Essigsäure-Wasser (4:1:5), 2. m-Kresol-Phenol (1:1), gesättigt mit Boratpuffer vom p_H 9,3. Das Filtrierpapier (Whatman Nr. 52) wird mit der Boratpufferlösung, die mit der phenolischen Phase gesättigt ist, imprägniert. Das neue Lösungsmittelsystem liefert Chromatogramme mit scharf begrenzten Flecken und reproduzierbaren R_f-Werten, wobei keine störende Verfärbung des Papiers durch Oxydation des Phenols auftritt.

Der Einfluß der relativen Luftfeuchtigkeit auf die Ninhydrinreaktion der Aminosäuren auf Papierchromatogrammen wurde von Eunice F. Wellington[5] systematisch untersucht[6]. Dabei ergab sich, daß bei den meisten Aminosäuren das Maximum der Farbentwicklung in dem engen Bereich von 35—40% relativer Luftfeuchtigkeit liegt, während Asparaginsäure gerade in diesem Bereich ein Absorptionsminimum aufweist. Außerhalb des angegebenen Feuchtigkeitsbereichs fällt die Absorption bei den meisten Säuren rasch ab; bei Asparaginsäure steigt sie entsprechend an. Eine Apparatur zur Farbentwicklung von Papierchromatogrammen bei 35% ± 1% relativer Luftfeuchtigkeit wird beschrieben (Abbildung im Original). Dabei wird Preßluft mit einer Geschwindigkeit von 8 l/min mittels eines Sinterglasfilters durch eine 60 cm hohe Flüssigkeitssäule eines Glycerin-Wassergemisches (spez. Gew. 1,234—1,235) geleitet. Der feuchte Luftstrom gelangt dann in das Entwicklungsgefäß, in dem die mit Ninhydrinlösung behandelten Chromatogramme aufgehängt sind.

[1] J. agric. chem. Soc. Japan **26**, 634—637 (1953) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.-fass. refer.) College Agricult., Univ. Kyoto (Japan).

[2] Naturwissenschaften **40**, 483 (1953). Pharmakognost. Inst., Univ. Bonn.

[3] Munier, R., u. M. Macheboeuf: Bull. Soc. Chim. biol. **33**, 1414 (1951); R. Munier: Bull. Soc. Chim. biol. **39**, 852 (1952).

[4] Analyt. Chemistry **25**, 396—399 (1953). Hormone Res. Lab., Univ. Berkeley, Calif. (USA).

[5] Canad. J. Chem. **31**, 484—487 (1953). Lab. of Insect Pathology, Sault Ste. Marie, Ontario (Canada).

[6] Vgl. Wellington, E. F.: Canad. J. Chem. **30**, 581 (1952); vgl. diese Z. **139**, 213 (1953).

E. Hecht und Ch. Mink[1] teilen *zwei Ausführungen der Ninhydrinreaktion* mit, die auf Angaben von N. Schoorl[2] beruhen:

1. 2 ml einer neutralen Lösung der zu untersuchenden Substanz werden mit drei Tropfen einer wäßrigen 1%igen Ninhydrinlösung im Reagensrohr erhitzt. Dabei tritt eine deutliche Färbung auf, die in ihrem Farbcharakter von der untersuchten Substanz abhängt. So gibt z. B. Glutaminsäure eine ausgesprochen violette, Serin hingegen eine rein blaue Färbung. Im Interesse einer mengenmäßig vergleichenden Schätzung sei darauf hingewiesen, daß die Intensität des Erhitzens ebenso von bestimmendem Einfluß auf die Empfindlichkeit der NR I ist, wie die Gleichmäßigkeit des Erhitzens der miteinander zu vergleichenden Proben. Während nach 4 min Erhitzen im kochenden Wasserbad 35-40 μg Aminostickstoff für den Nachweis erforderlich sind, gelingt dieser nach $2^1/_2$ min starken Erhitzens über der freien Flamme bereits mit weniger als dem 10. Teil dieser Menge. Ninhydrin analog zur Kontrolle mit Wasser allein erhitzt, zeigt keine Färbung.

2. 2 ml des neutralen, salzfreien Substrates werden in einem kleinen Porzellanschälchen auf dem kochenden Wasserbad auf ungefähr ein Drittel des ursprünglichen Volumens und nach Zufügen von 3 Tr. einer 1%igen Ninhydrinlösung zur Trockne eingedampft, wobei tiefblaue bis violett gefärbte konzentrische Ringe zurückbleiben, deren Farbe bei positivem Ausfall auch nach Zufügen von 1 Tr. Wasser und 2—3 Tr. Alkohol bestehen bleiben muß. Auch bei dieser Reaktion wird die Empfindlichkeit gesteigert, wenn nach Eindampfen zur Trockne noch einige Minuten weiter erhitzt wird. 0,05 μg Aminostickstoff sind einwandfrei nachweisbar.

Außerdem geben die Verf. eine Hydrolysiermethode an, die sich besonders für papierchromatographische Zwecke eignet. Die zu hydrolysierende Substanz (z. B. 20—30 mg *Kephalin*) wird auf dem kochenden Wasserbad mit 17 ml 2 n Schwefelsäure während 5 Std erhitzt, nach dem Abkühlen filtriert und das Filtrat in der Hitze mit festem $Ba(OH)_2$ bis zur alkalischen Reaktion gegen Lackmus gebracht. Der entstandene $BaSO_4$-Niederschlag wird abzentrifugiert und zweimal an der Zentrifuge mit destilliertem Wasser gewaschen. In die mit den Waschflüssigkeiten vereinigte, trübe Zentrifugierflüssigkeit wird während 15—20 min CO_2 eingeleitet und anschließend, ohne weiter CO_2 einzuleiten, auf Kochtemperatur erhitzt, worauf durch Filtrieren eine wasserklare Flüssigkeit erhalten wird. Zur Kontrolle auf die quantitative Entfernung von Ba kann nochmals in der Kälte CO_2 eingeleitet, anschließend erhitzt und nötigenfalls filtriert werden. Je nach Notwendigkeit wird die Hydrolysierflüssigkeit im Vakuumdestillationsapparat konzentriert bzw. anschließend im Exsiccator zur Trockene gebracht, um den Rückstand in einem bestimmten Volumen Wasser aufzunehmen. H. Sperlich.

W. Lautsch, G. Manecke und W. Broser[3] haben nicht nur *carboxyliertes Papier* — wie schon von Th. Wieland und A. Berg[4] beschrieben — zur *chromatographischen und elektrophoretischen Trennung von Aminosäuren* herangezogen, sondern speziell die Spaltung von Racematen auch an *mit Sulfo- bzw. mit Pyridinium-Gruppen ausgestattetem Papier* untersucht. — Zur Carboxylierung nach I. K. Chowdury[5] wird das Papier (S & S Nr. 1102 bzw. M & N Nr. 637, 25 × 50 cm) 8 Tage in gesättigter Harnstofflösung belassen, dann gut ausgewaschen, 1 Std mit

[1] Biochim. biophysica Acta (Amsterdam) 8, 641—653 (1952). Reichsuniversität Utrecht (Holland).

[2] Schoorl, N.: Organische Analyse III, S. 200 (1941).

[3] Z. Naturforsch. 8b, 232—236 (1953). Freie Univ. u. KWI Phys. Chem. Berlin-Dahlem.

[4] Angew. Chem. 64, 418 (1952); vgl. diese Z. 140, 289 (1953).

[5] Biochem. Z. 148, 76 (1924).

kalt gesättigter methylalkoholischer Natronlauge auf dem Wasserbad alkalisiert und schließlich 48 Std in Chloressigsäurelösung gehalten, die 160 g Chloressigsäure und 92 g Ätznatron im Liter enthält. Nach erneutem Auswaschen und Trocknen vermag derartig vorbehandeltes Papier noch 0,22—0,26 Val Natronlauge je Kilogramm zu binden. — Die Einführung von Sulfogruppen nach J. H. Helberger, G. Manecke und R. Heyden[1] erfolgt durch Besprühen (beiderseitig) von etwa 12 Std in 18%iger Natronlauge vorgequollenen und wieder getrockneten Papierstreifen mit Butansulfon[2]. Nach 1 Std wird eine weitere Stunde im bedeckten und mit Stickstoff gefüllten Becherglas auf 95—100° C erhitzt, mit Methanol nachbehandelt, gut ausgewaschen und getrocknet. Das Papier vermag noch 0,29 Val Natronlauge je Kilogramm zu binden. — Zur Einführung quaternärer Ammoniumgruppen nach P. Karrer und W. Wehrli[3] werden 2 g Papier in 55 ml Pyridin auf dem Wasserbad mit einer Lösung von 10 g p-Toluolsulfochlorid in 30 ml Pyridin verestert (6 Std), anschließend mit Alkohol, dann mit Wasser gut gewaschen. Die Kapazität beträgt 0,14 Val Salzsäure je Kilogramm. — Im aufsteigenden Verfahren (1 Tropfen 10%ige Aminosäurelösung, entwickelt mit Acetat- bzw. Formiatpufferlösung) liegen die R_f-Werte an Carboxylpapier für Anionen-Aminosäuren nahe bei 1, ähnlich bei Neutralaminosäuren. Bei *l-Histidin* und *l-Arginin*, vor allem bei *l-Lysin* erhält man vom p_H-Wert abhängige kleinere, gut unterscheidbare R_f-Werte. Bei der Papierelektrophorese in üblicher Anordnung wird die Trennung besonders bei sulfalkyliertem Papier durch elektroosmotische Effekte günstig unterstützt. So werden Lysin-Leucin sowohl bei p_H 9 als auch bei p_H 4,8, an carboxyliertem Papier aber nur bei p_H 9 gut getrennt. Die Trennung neutraler Aminosäuren gelingt aber nicht. — Die Chromatographie unter gleichzeitiger Elektrophorese nach W. Grassmann und K. Hannig[4] an Carboxylpapier ermöglicht die einwandfreie *Trennung von Lysin, Leucin und Glutaminsäure* bei p_H 4,8 und 6,4. Die Elektrophorese an ionisch markiertem Papier ist von der Gleichmäßigkeit des Papiers so stark abhängig, daß empfohlen wird, die Ausrüstung des Papiers vor der Herstellung, d. h. also bereits im Papierbrei vorzunehmen. K. Cruse.

S. K. Wadman und P. A. Smith[5] berichten über die *Anwendung der zirkulären und zweidimensionalen Papierchromatographie zur Trennung und Identifizierung der Aminosäuren im Urin* bei klinischen Untersuchungen. Zur Durchführung der Ringmethode bringt man 0,1 ml des zu untersuchenden Urins auf eine runde Filtrierpapierscheibe (Whatman Nr. 1) von 23 cm Durchmesser, trocknet mit Föhn, markiert die Grenzen des Fleckens mit Anilinfarben-Bleistift und entwickelt in einem Exsiccator über mit n-Butanol gesättigtem Wasser als Bodenflüssigkeit. Als Entwickler dient ein Gemisch von n-Butanol, Eisessig, Wasser und mit Wasser gesättigtem Phenol (130:40:16:16 Vol.-Teile). Wenn die Flüssigkeitsfront beinahe den Filterrand erreicht hat, unterbricht man, trocknet bei 100° C, besprüht einen Teil der Papierfläche mit 0,2%iger alkoholischer Ninhydrinlösung und trocknet wieder bei 100° C. Der Rest der Papierfläche kann zur Behandlung mit Spezialreagenzien dienen, z. B. mit Isatin zum Nachweis von Prolin und Oxyprolin. Die Aminosäuren erscheinen in den Ringen von innen nach außen in folgenden Gruppen (Tab. 1).

Sehr schöne Trennungen erhält man, wenn man dasselbe Chromatogramm wiederholt entwickelt. So können z. B. *Asparaginsäuer, Glycin, Threonin, Cystin,*

[1] Liebigs Ann. Chem. **565**, 22 (1949).

[2] Es können aliphatische oder auch aromatische Sulfone verwendet werden.

[3] Z. angew. Chem. **39**, 1509 (1926).

[4] Naturwissenschaften **37**, 397 (1950); vgl. diese Z. **140**, 293, 294 (1953).

[5] Chem. Weekbl. **48**, 745—751 (1952) [Holländisch]. Klinisch-Chem. Lab. Zuider-Ziekenhuis, Rotterdam.

Lysin und *Histidin* sehr scharf geschieden werden. — Für vollständigere Unterscheidungen ist man auf die zweidimensionale Technik angewiesen, die ebenfalls genau beschrieben wird. Die besten Eluiermittel sind ein mit Wasser gesättigtes Gemisch von Collidin und Lutidin 1:1 und mit Wasser gesättigtes Phenol. Man entwickelt in zwei aufeinander senkrechten Richtungen. Der Urin bedarf einer Vorbehandlung, um störende Stoffe (Harnstoff, Salze) zu entfernen. Der Urin wird gekühlt, von abgeschiedenen Ureaten abfiltriert. Dann behandelt man mit Urease, um Harnstoff in $(NH_4)_2CO_3$ überzuführen, und entfernt den Urease-Überschuß durch Zentrifugieren und Ultrafiltration. Durch $(CaOH)_2$-Lösung werden CO_3^{2-}, PO_4^{3-}, SO_4^{2-} entfernt, beim Eindampfen im Vakuum bei 30—40° C entweicht NH_3.

Tabelle 1.

Leucin Isoleucin Phenylalanin	Valin Methionin	Methionin SO Tryptophan	Tyrosin	Prolin	Alanin	Oxyprolin
Farbe violett	violett	violett	grauviolett	gelb	violett	orange

Glutaminsäure	Glycin Serin Threonin Methionin SO_2 Citrallin	Asparaginsäure Taurin	Arginin Histidin (grau) Lysin	Cystein Cystin
Farbe violett	violett	blauviolett	grauviolett	mattrot

Der Trockenrückstand wird in Wasser aufgenommen und die Lösung entsalzt (Na, K, Ca, Cl). Die entsalzte Lösung wird konzentriert. Als erstes Eluiermittel dient mit Wasser gesättigtes Lutidin oder mit Wasser gesättigtes Gemisch gleicher Volumina Collidin und Lutidin. Man fügt einem Liter eine Messerspitze Oxin als Komplexbildner zu. Als Bodenflüssigkeit in dem Entwicklungsgefäß dient Wasser, das mit dem Eluiermittel gesättigt ist und dem einige Milliliter Diäthylamin zugefügt wurden. Die zweite Entwicklung erfolgt mit farblosem Phenol, das nahezu mit Wasser gesättigt ist, und das wieder Oxin enthält. Bodenflüssigkeit ist jetzt Wasser, mit Phenol gesättigt, mit einigen Milliliter 5%igem Ammoniak und einer Spur KCN versetzt. Nach der ersten und der zweiten Entwicklung wird bei niedriger Temperatur getrocknet, schließlich mit Ninhydrinlösung besprüht und wieder getrocknet. — An Beispielen der Untersuchung von Urin gesunder und kranker Personen wird die Deutung der Chromatogramme eingehend erläutert.

A. Kurtenacker.

Zur Papierchromatographie von Aminosäuren im Liquor cerebrospinalis verzichten A. P. Prior und T. P. Whitehead[1] auf die Enteiweißung, sondern saugen den Liquor unmittelbar auf eine mit Zeo-Karb 225 beschickte Säule (15×0,5 cm), die mit 10%iger Salzsäure aktiviert und mit Wasser säurefrei gewaschen war. Nach dem Einsaugen von 1 ml Liquor wird mit 15 ml H_2O nachgewaschen. Anschließend werden die Aminosäuren mit 15 ml n NH_4OH-Lösung eluiert. Die ersten 3 ml bleiben unberücksichtigt. Der Rest wird eingedampft und nach K. V. Giri und N. A. N. Rao[2] chromatographiert.

K. Hinsberg.

[1] Nature (London) **172**, 358—359 (1953). South Warwicksh. Hosp. Group, Lakin Road, Warwick (England).

[2] Nature (London) **169**, 923 (1952); vgl. diese Z. **141**, 133 (1954).

Ein neues Sprühreagens zum Nachweis reduzierender Zucker auf Papierchromatogrammen wird von S. Hirase, Ch. Araki und S. Nakanishi[1] angegeben. Es besteht aus einer Lösung von 0,15 g o-Aminophenol in 20 ml Äthanol und 10 ml 50%iger Phosphorsäure und hat gegenüber anderen ähnlich zusammengesetzten Reagenzien den Vorzug, mit Aldosen und Ketosen beinahe gleich empfindlich und mit spezifischen Färbungen zu reagieren und außerdem beständig zu sein.

Farbreaktionen und Nachweisempfindlichkeit verschiedener Zucker mit o-Aminophenol:

Zucker	Farbreaktion	Erfassungsgrenze in μg
Pentose	blau	1
Methylpentose	kirschrot	5
Aldohexose	braun	5
Ketohexose	zitronengelb	1
Lactose	braun	5
Saccharose	gelb	1
Uronsäure	blau	1

Für die papierchromatographische Trennung N-substituierter Thioharnstoffe verwenden A. Kjær und K. Rubinstein[2] wassergesättigtes Chloroform als Lösungsmittel. Wegen der hohen Dichte des Chloroforms sind besondere Vorkehrungen erforderlich, um die Kammeratmosphäre mit den Lösungsmitteldämpfen zu sättigen. Rückwand und Seitenwände des Chromatographiergefäßes werden mit Filtrierpapier ausgekleidet, das in chloroformgesättigtes Wasser (auf dem Kammerboden) bzw. in wassergesättigtes Chloroform (in einer besonderen Schale) eintaucht. Vor der Zugabe des Lösungsmittels bleiben die Chromatogramme 16—18 Std in der verschlossenen Kammer. Nach dem Entwickeln (23 cm Steighöhe) besprüht man entweder mit Grotes Reagens (Nitroprussidnatrium, Brom, Hydroxylamin[3]) und erhitzt kurz auf 100° C oder nach vorhergehender Besprühung mit Stärkelösung mit dem Jodazidreagens nach Feigl[4]. — Die Wanderungsgeschwindigkeit der substituierten Thioharnstoffe wächst mit der Länge der Kohlenstoffkette der Substituenten; Thioharnstoff selbst verbleibt auf der Startlinie. Die experimentellen Daten von 41 substituierten Thioharnstoffen und einigen verwandten Verbindungen (Thioamide, Thiohydrazide, Thiosemicarbazide und Thiobarbitursäuren) sind im Original angegeben.

Über die papierchromatographische Trennung und Identifizierung von Alkylpyridinen berichten D. Jerchel und W. Jacobs[5]. Die Pyridinbasen werden mit Selendioxyd zu den entsprechenden Carbonsäuren oxydiert, worauf diese mit dem Lösungsmittel Isobutanol-Ameisensäure-Wasser (75:15:10) papierchromatographisch getrennt werden. Die Pyridinderivate werden auf dem Papier mit einem der folgenden Reagenzien sichtbar gemacht: 1. 0,05%ige alkohol. Fluoresceinlösung: alle Pyridincarbonsäuren und Aldehyde erscheinen im UV-Licht als dunkle Flecken auf gelbgrünem Grund. 2. 4%ige alkohol., schwach alkalische Bromphenol-

[1] Bull. chem. Soc. (Japan) **26**, 183—184 (1953). Kyoto Techn. Univ. Kyoto.

[2] Acta chem. scand. (Kopenhagen) **7**, 528—536 (1953). Univ. Kopenhagen.

[3] Grote, I. W.: J. biol. Chemistry **93**, 25 (1931).

[4] Feigl, F.: Qualitative Analysis by Spot Tests. 3. Elsevier Publ. Co., Inc., New York-Amsterdam 1943.

[5] Angew. Chem. **65**, 342—344 (1953). Univ. Mainz und Max-Planck-Inst., Heidelberg.

blaulösung: Pyridincarbonsäuren erscheinen als gelbe Flecken auf blaugrünem Grund. 3. 2%ige alkohol. Lösung von 2,4-Dinitrofluorbenzol: nach dem Besprühen wird 10—15 min bei 110° C getrocknet und dann mit 5%iger Natronlauge besprüht; *Nicotinsäure* gibt rotbraunen, *Isonicotinsäure* violetten Fleck. 4. Reaktion mit Bromcyan: der Papierstreifen wird 1 Std über eine ätherische Lösung von Bromcyan gehängt und dann mit einer Lösung von 2 g p-Aminobenzoesäure in 75 ml 0,75 n Salzsäure und 25 ml Äthanol besprüht; spezifisch für Nicotinsäure (gelber Fleck). — Pyridinaldehyde können direkt oder in Form ihrer Dimedate getrennt werden. Zur Sichtbarmachung der Aldehyde besprüht man das Papier mit einer 10%igen alkohol. Lösung von Dimedon und nach dem Trocknen mit einer 5%igen $FeCl_3$-Lösung; violette bis rotbraune Flecken. Das Verfahren eignet sich für die Untersuchung technischer Pyridingemische.

Über die papierchromatographische Identifizierung natürlich vorkommender Cumarine und verwandter Zimtsäurederivate berichtet T. Swain[1]. Der Verfasser benutzte die Apparatur von R. Consden, A. H. Gordon und A. J. P. Martin[2] und arbeitete nach E. C. Bate-Smith und R. G. Westall[3] unter Verwendung von unbehandeltem Filtrierpapier (Whatman Nr. 1) und solchem, das mit 0,1 m Phosphat- oder 0,1 m Boratpufferlösungen imprägniert war[4]. Von den zahlreichen Lösungsmitteln, die sich für die Trennung von Cumarinen eignen, seien folgende genannt: 1. n-Butanol-Essigsäure-Wasser (4:1:5), Amylalkohol-Essigsäure-Wasser (4:1:5): gute Trennwirkung von Cumarin-Glucosiden und -Agluconen. 2. Äthylacetat-2 n Ammoniaklösung (1:1): Verbindungen mit freien phenolischen Hydroxylgruppen geben damit niedrigere R_f-Werte als mit sauren oder neutralen Lösungsmitteln. Gute Trennungen wurden auch durch Verwendung der wäßrigen Phase der Systeme n-Butanol-Essigsäure-Wasser (4:1:5) und Benzylalkohol-Essigsäure-Wasser (4:1:5) sowie durch Wasser allein erzielt.

Zum Nachweis von sauren Verbindungen und solchen mit benachbarten Hydroxylgruppen eignet sich die Chromatographie auf phosphat- oder boratgepuffertem Papier, da hierbei die R_f-Werte dieser Verbindungen erniedrigt werden[4]. Die Lokalisierung der Flecke erfolgt durch die Eigenfluorescenz der Cumarine im UV-Licht, die durch Behandlung des Papiers mit Ammoniakdämpfen oder 2 n Natronlauge verstärkt wird. Eine nähere Differenzierung der Cumarine ist durch folgende Sprühreagenzien möglich: 1. 1% $FeCl_3$-Lösung in Äthanol: grüne Flecken bei Verbindungen mit benachbarten Hydroxylgruppen. 2. Silbernitratreagens nach W. E. Trevelyan, D. P. Procter und T. S. Harrison[5] (aufeinanderfolgendes Besprühen mit acetonischer $AgNO_3$-Lösung und alkoholischer 2 n NaOH-Lösung): schwarze Flecken bei Verbindungen mit benachbarten Hydroxylgruppen. Außerdem eignet sich aufeinanderfolgendes Besprühen mit Lösungen von diazotiertem p-Nitranilin oder Benzidin und mit 20%iger Natriumcarbonatlösung. H. Sperlich.

Papierelektrophorese. *Die Trennung von Phosphaten* für qualitative Zwecke beschreiben B. Sansoni und R. Klement[6]. Es werden untersucht: *Monophosphat, Diphosphat, Triphosphat, Tetraphosphat, Phosphatglas* (*64,7 % P_2O_5*), *Trimetaphosphat, Tetrametaphosphat und Polymetaphosphat* (Grahamsches *Salz*) in Form der Na-salze. Als optimaler pH-Wert der Pufferlösung (Na-Borat/NaOH) hat sich

[1] Biochemic. J. **53**, 200—208 (1953). Univ. Cambridge u. Dept. Sci. and Ind. Res.

[2] Biochemic. J. **38**, 224 (1944); vgl. diese Z. **136**, 366 (1952).

[3] Biochim. biophysic. Acta (Amsterdam) **4**, 427 (1950).

[4] Wachtmeister, C. A.: Acta chem. scand. (Kopenhagen) **5**, 976 (1951); vgl. diese Z. **136**, 145 (1952).

[5] Nature (London) **166**, 444 (1950).

[6] Angew. Chem. **65**, 422—423 (1953). Phil.-Theol. Hochsch., Regensburg.

p_H = 10 ergeben. Es wird je 0,01 ml 0,1 m Salzlösung auf je einem längs halbierten Papierstreifen (Whatman Nr. 1) aufgetragen und je 4 solche Streifen in einer „Elphor H"-Kammer[1] bei 110 Volt Klemmenspannung 3 Std laufen gelassen. Die Anfärbung der Phosphatflecken erfolgt nach einer Vorschrift von B. Sansoni[2]. Auf einen der 4 Streifen trägt man ein schnell wanderndes Phosphat, z. B. Trimetaphosphat, als Vergleichsstoff auf und bezieht alle Wanderungsgeschwindigkeiten relativ auf dessen Wanderungsgeschwindigkeit analog den R_f-Werten der Papierchromatographie. Diese Werte sind unabhängiger von Stromschwankungen und anderen Versuchsbedingungen. Durch dieses Verfahren lassen sich Beimengungen von verschiedenen Phosphaten in technischen Phosphaten, wie Triphosphat oder Grahamschem Salz, leicht nachweisen.

Zur Anfärbung von Phosphaten und Metaphosphaten auf Filtrierpapier teilt B. Sansoni[3] einige Varianten zu dem Verfahren von C. S. Hanes und F. A. Isherwood[4] mit. 1. Es wird eine perchlorsaure Ammoniummolybdatlösung verwendet. 2. Die Reduktion zu Phosphomolybdänblau wird im UV-Licht oder im intensiven Sonnenlicht vorgenommen. 3. Das UV-Bild wird durch Markierung mit einem Kohlestift festgehalten. *Vorschrift.* Das phosphat- oder metaphosphathaltige Filtrierpapier, z. B. *Elektrophoresestreifen*, wird unter Vermeidung jeder Tropfenbildung mit Reagenslösung (gleiche Raumteile wäßrige 5%ige $HClO_4$- und 1%ige Ammoniummolybdatlösung) besprüht und trocknen gelassen. In der Dunkelkammer wird der Streifen über einem gleich groß geschnittenen Streifen Photopapier auf einem schwach konvex gewölbten Holzbrett befestigt und kurze Zeit in 1—2 m Entfernung dem aus einer Blende austretenden UV-Licht ausgesetzt. Das durch das Papier dringende UV-Licht wird an den molybdophosphathaltigen Zonen stärker absorbiert als an den nur Mo-haltigen Stellen. Das entwickelte Photopapier zeigt das entsprechende Phosphatbild, während der anschließend noch länger mit UV bestrahlte Papierstreifen das Phosphatbild nach der Phosphomolybdänblau-Reaktion zeigt. Da zur längeren Aufbewahrung jedes Phosphomolybdänblau-Diagramm photographiert werden muß, ist die Arbeitsweise recht einfach. Bei Anwesenheit von Puffergemischen, deren Komponenten mit Molybdat ebenfalls Komplexe bilden können, ist einige Übung in der Unterscheidung des Grades der Blaufärbung erforderlich. — Nach Besprühen mit einer 1%igen Silbernitratlösung und anschließender Reduktion, z. B. durch Sonnenlicht oder durch Entwicklung in H_2S-Atmosphäre werden die phosphat- und metaphosphathaltigen Zonen weniger stark geschwärzt als die übrigen Stellen. R. Klement.

Auf Grund neuer Versuche weist R. Emmrich[5] darauf hin, daß die früher von ihm beschriebene *elektrophoretische Serumprotein-Analyse* an Schl. & Sch.-Papier 602 h: P an Trennschärfe gewinnt, wenn statt dessen eins der Papiere 2040a bzw. b oder 2043b verwendet wird. Es hat den Anschein, daß auf diese Weise Fehlresultate von M. Noverraz[6] ihre Erklärung finden, bei denen als weitere Verbesserung des Verfahrens die Elektrophorese an frei hängenden Papierstreifen ausgeführt wurde, so daß Verluste durch Haften am Glas ausscheiden. Gelingt die Anfärbung der Zonen nicht eindeutig, d. h. sind auch proteinfreie Zonen bläulich, so ist der Vergleich mit Leerstreifen unbedingt erforderlich. K. Cruse.

[1] Grassmann, W., u. K. Hannig: Hoppe Seyler's Z. physiol. Chem. **290**, 1 (1952); vgl. diese Z. **140**, 293 (1953).

[2] Angew. Chem. **65**, 423 (1953); vgl. das folgende Referat.

[3] Angew. Chem. **65**, 423 (1953). Phil.-Theol. Hochsch., Regensburg.

[4] Nature (London) **164**, 1107 (1949); vgl. diese Z. **138**, 386 (1953).

[5] Schweiz. med. Wschr. **1953**, 77. II. Mediz. Klinik, Univ. Halle/Saale.

[6] Schweiz. med. Wschr. **1952**, 880.

Namen- und Sachverzeichnis zum 141. Band.

Namenverzeichnis.

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung.)

Abbott, C. F. Bestimmung von Thiouracil, Methyl- und Propylthiouracil 306.

Abrahamson, E. W., und Linschitz, H. Bestimmung kleiner Mengen organischer Peroxyde nach der Dead-stop-Methode 155.

Acerbi, G. Bürette zur Wasserhärtebestimmung 282.

Adams, G., siehe Umberger, C. J.

Addison, C. C., Gamlen, G. A., und Thompson, R. Nebeneinanderbestimmung von Hyponitrit, α-Oxyhyponitrit, Nitrit und Nitrat 147.

Adelsberger, A., siehe Demann, W.

Agazzi, E. J., Peters, E. D., und Brooks, F. R. Bestimmung der Rückstände hochchlorierter Insecticide 378.

Airey, L., siehe Smales, A. A.

Albanese, A. A., und Lein, M. Bestimmung von Natrium 228.

Alekseev, R. I. Colorimetrische Bestimmung von Pyridin in Abwasser 293.

Alkemade, C. T. J. Flammenphotometrie 45.

Aleksiejewa, M. W., Andranow, B. E., Gruwic, S. S., und Žitkowa, A. S. Quecksilberbestimmung in Luft und Harn 230.

Allbright, C. S., siehe van Meter, R. A.

Allen, E., und Hammaker, E. H. Spektrophotometrische Bestimmung eines Bestandteils in Zweikomponentenmischung 57.

Allen, Sh. H., und Hamilton, M. B. Molybdän- und Wolframbestimmung in biologischem Material 235.

Allgood, H. Y., siehe Nash jr., H.

Amer. Public Health Assoc. Sauerstoffverbrauch von Abwässern 287.

Andersen, L., siehe Hirsjärvi, V. P.

Anderson, H. H. Selbsttätig sich einstellende Mikropipetten und Mikropyknometer 58.

Anderson, J. R., O'Brien, K. G., und Reuter, F. H. Reaktion von Borverbindungen mit Oxychinonen 140.

Anderson, R. Ch., Delabarre, Y., und Bothner-By, A. A. Chemische Analyse und Isotopenmessung organischer Verbindungen 59.

Andersson, G., siehe Magnéli, A.

Andranow, B. E., siehe Aleksiejewa, M. W.

Aoki, S., Terai, I., und Mori, K. Colorimetrische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid in biologischen Flüssigkeiten 308.

Araki, Ch., siehe Hirase, S.

Archibald, R. M. Literaturübersicht über die Methoden der klinischen Chemie 313.

van Arkel, C. G., und Meijst, M. Bestimmung des Gesamtalkaloidgehaltes in Radix und Tinctura Ipecacuanhae 312.

McArthur, C. S., siehe Kalant, N.

Arthur, D., Motzok, J., und Branion, H. D. Colorimetrische Kobaltbestimmung in Futtergräsern 299.

Asselineau, J. Papierchromatographie von Fettsäuren, Phosphatiden, Serinen, Lipoidverbindungen 130.

Aubry, J., und Monnier, G. Wasserbestimmung in Äther und anderen Lösungsmitteln 376.

Aubry, J., Turpin, G., und Laplace, G. Untersuchung lothringischer Eisenerze 373.

Auerbach, F., und Bodländer, E. Zuckerbestimmung nach der Hypojoditmethode 337.

Auterhoff, H. Nachweis von Antihistaminen 390.

Awapara, J. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 135. — Siehe auch Landua, A. J.

Backeberg, O. G., und Israelstam, S. S. Mikro- und Halbmikrobestimmung von C und H 60.

Bagnall, H. H., und Stock, F. G. Spektrophotometrische Bestimmung von Vitamin A 216.

Bailey, C. W., siehe van Meter, R. A.

Baker, B. B., siehe McNevin, W. M.

Baker, H. M., siehe Lowen, W. K.

Baldeschwieler, E. L., siehe Holowchak, J.

Ball, J. S., siehe van Meter, R. A.

Balmer, R., und Bürgin, A. Nachweis der Antihistaminica in Arzneimittelgemischen 391.

Bandelin, F. J., Stifer, E. D., und Pankratz, R. E. Colorimetrische Bestimmung von Antihistaminverbindungen 392.

Bando, K., siehe Yamaguchi, K.

Banewicz, J. J., und Kenner, Ch. T. Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium in Kalkstein und Dolomit 53.

Banks, C. V., siehe Reed, S. A., sowie Sprain, W.

Barney II, J. E., und Kimball, W. A. Spektrographische Bestimmung von Eisen in Schmieröl 44.

Barnum, D. W., siehe Dean, R. B.

Baruh, J., siehe Lacourt, A.

Bate-Smith, E. C., und Westall, R. G. Papierchromatographische Trennung von Cumarinen und anderen Zimtsäurederivaten 463.

Baudisch, O., siehe Ellis, H.

Bauer, R., siehe Wiberg, E.

Baumann, R., siehe Herrmann, R.

Bawden, A. T., siehe Foulk, C. W.

Bayer, L., siehe Schäfer, H.

Bayly, R. J., Bourne, E. J., und Stacey, M. Papierchromatographische Untersuchung von Diabetikerharn und Glucose 132.

Beck, W., siehe Roth, H.

Beckmann, R. Chromatographische Bestimmung von Tocopherol im Serum 225.

Beeghly, H. F. Bestimmung von Stickstoff und Schwefel im Stahl 70. — Stickstoffbestimmung in niedrig legierten Stählen 71. — Bestimmung von nichtmetallischen Verbindungen in Metallen 72.

Beeston, J. M., und Lewis, J. R. Bestimmungsmethode von Rhenium 152.

Beisken, H., siehe Schneider, A.

Belcher, R., und West, T. S. Verwendung von Quecksilber(I)-nitrat als reduktometrisches Reagens 204.

Bell, F. K., und Krantz, J. C. Colorimetrische Bestimmung der Digitaliswirkstoffe 393.

Benade, W. Badetorfanalyse 2. — Siehe auch Stockfisch, K.

Benfield, D. A., siehe Young, R. S.

Benne, E. J., siehe Johnston, B. R.

Bennett, E. Cellulosebestimmung 78.

Benussi, L., und Caroli, A. Spektrographische Produktionskontrolle von Edelstählen 43.

Berg, A., siehe Wieland, Th.

Bergmeyer, H.-U., siehe Hans, W.

Beroza, M., siehe Gordon, N.

Berta, R., und Palisca, A. Spektrographische Analyse von Gußeisen 43.

Bessey, O. A., siehe Burch, H. B.

Besso, Z., siehe Monnier, D.

Besson, J., und Budenz, R. Polarographische Bestimmung von Cr, Ni und Co 437.

Betz, L. D., siehe Noll, C. A.

Billmeyer, A. M., siehe Smith, D. M.

Biltz, H., Klemm, W., und Fischer, W. Experimentelle Einführung in die anorganische Chemie 198 [L].

Bionda, G., siehe Castiglioni, A.

Birdsall, C. M., Jenkins, A. C. und, Spadinger, E. Ozonbestimmung 62.

Bisen, R., siehe Cahnmann, H. J.

Biserte, G., siehe Boulanger, P.

Blomberg, B., siehe Magnéli, A.

Bock, E., siehe Bock, R.

Bock, R., und Bock, E. Verteilungskoeffizient in verschiedenen Lösungsmitteln 131.

Bodländer, E., siehe Auerbach, F.

Böltz, G., siehe Nielsch, W.

Boeseken, J., Vermaas, N., und Küchlin, A. T. Titrimetrische Bestimmung von Borsäure durch Komplexbildung 409.

Boggs, L. A. Zweidimensionale Papierchromatographie unter Verwendung „eindimensionaler" Geräte 201.

Bolin, D. W., King, R. P., und Klosterman, E. W. Bestimmung von Chromoxyd in Fäces oder Nahrungsmitteln 235.

Bond, A. M., und Murray, M. M. Titrimetrische Fluoridbestimmung in Wässern 288.

Bontemps, R. Trennung und Bestimmung von o-Oxychinolinsulfat und Sulfanilamid 395. — Trennung von Pyramidon von anderen Antipyreticis 395.

Borsche, W. Spaltung von Dinitrophenyläthern 183.

Bos, J. H., siehe Gootjes, J.

Bothner-By, A. A., siehe Anderson, R. Ch.

Boulanger, P., und Biserte, G, Papierchromatographie der Peptide und Proteine 130.

Boulanger, P., und Montreuil, J. Papierchromatographische Bestimmung der Purin- und Pyrimidinbasen, Nucleoside und Nucleotide 130.

Bourne, E. J., siehe Bayly, R. J.

Bovalini, E., und Casini, A. Colorimetrische Nitratbestimmung 148.

Boxer, G. E., und Rickards, J. C. Bestimmung von Vitamin B_{12} in Leberkonzentraten 220.

Boyd, H. M., siehe Tolberg, W. E.

Boylan, D. R., siehe Bridger, G. L.

Boyle, A. J., siehe Zack, B.

Brandt, W. W., siehe Kruse, J. M.

Branion, H. D., siehe Arthur, D.

Brasted, R. C. Die Schwefelsäurekonzentration bei der Permanganat-Oxalat-Titration 364. — Siehe auch Hirozawa, St. T.

Braun, J. Nachweis- und Bestimmungsmethoden der Nicotinsäure 396.

Braus, H., Middleton, F. M., und Ruchhoft, C. C. Untersuchung von organischen Industrieabwässern 292.

Bray, R. H., siehe Cheng, K. L.

Brealey, L., Garrat, D. C., und Proctor, K. A. Emissionspektrographie für pharmazeutische Analysen 45.

Brettoni, B. Colorimetrische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid in Harn und Blut 309.

Brice, B. A., siehe Porter, W. L.

Bricker, C. E., siehe Furman, N. H., sowie Sweetser, Ph. B.

Bridger, G. L. Literaturübersicht über die Analyse von Düngemitteln 297.

Bridger, G. L., Boylan, D. R., und Markey, J. W. Colorimetrische Phosphatbestimmung in Düngemitteln 297.

Bridges, J. E. Bestimmung von Kerosin in Kerosin-Benzinmischungen 77.

O'Brien, K. G., siehe Anderson, J. R.

Briggs, R. M., siehe Lawrance, W. A.

Broach, W. J., siehe Komarmy, J. M.

Broida, H. B., und Morgan, G. H. Spektrophotometrische Analyse von Wasserstoff-Deuteriummischungen in Gegenwart von Luft 141. — Siehe auch Morowitz, H. J.

Brooke, M., und Holbrook, M. Komplexometrische Härtebestimmung in Kühlwasser 363.

Brooks, F. R., siehe Agazzi, E. J.

Broser, W., siehe Lautsch, W.

Brotz, W., siehe Raff, P.

Brown, F. Papierchromatographischer Nachweis und Trennung von Tocopherolgemischen 137. — Quantitative Bestimmung von Tocopherolgemischen 138.

Brüggemann, J., Krauss, W., und Tiews, J. Zur Methodik der chemischen Vitamin A- und D-Bestimmung mit elektrophilen Metallhalogeniden. III. Zur Bestimmung von Vitamin A mit $FeCl_3$ 161 [Or]. — Zur Methodik der chemischen Vitamin A- und D-Bestimmung mit elektrophilen Metallhalogeniden. IV. Verfahrensvorschläge zur chemischen Vitamin A-Bestimmung mit elektrophilen Metallhalogeniden in biologischem Material 173 [Or]. — Bestimmung von Vitamin D 224.

Bruns, F., siehe Hoppe-Seyler/Thierfelder 215 [L].

Bryant, F. J., und Reynolds, G. F. Polarograph 434.

Buchanan, D. L., siehe Swick, R. W.

Buck, R. P., Farrington, P. S., und Swift, E. H. Coulometrische Titration von Thallium(I) mit elektrolytisch entwickeltem Brom oder Chlor 450.

Budenz, R., siehe Besson, J.

Bürger, K. Schwefelbestimmung durch reduktiven Aufschluß 419.

Bürgin, A., siehe Balmer, R.

Burack, W. R., siehe Kellogg, R. H.

Burch, H. B., Bessey, O. A., Love, R. H., und Lowry, O. H. Bestimmung von Thiamin und Thiaminphosphat in kleinen Blutmengen und Erythrocyten 218.

Burks, C. E., siehe Webber, L. A.

Burma, D. P. Theorie der Papierchromatographie 452.

Burnett, J. A., siehe Nash jr., H.

Burriel-Martí, F., und Jiménez-Gómez, S. Spektralanalytischer Nachweis von Ni, Co, Zn und Mo 41.

Buscarons, F., und Mir, P. Halogenbestimmung in organischen Verbindungen 61.

Busch, A. W., und Sawyer, C. N. Polarographische Bestimmung von Sauerstoff 123.

Bychovskaja, M. S., und Poletaev, M. J. Polarographische Bestimmung von Pb, Zn, Cu und Cd 126.

Byerly, W. M., siehe Thomason, P. F.

Byrd, C. N., siehe Reed, S. A.

Cabannes, J.-A. Kennzeichnung des p_H-Wertes nicht rein wäßriger Lösungen 51.

Cabo-Torres, J. Cyanbestimmung in Drogen 302.

Cadbury, W. E., siehe Meldrum, W. B.

Cahnmann, H. J., und Bisen, R. Mikrobestimmung von Chrom im Blut 234.

Calcott u. Mitarb. Bestimmung des Natriumcarbonatgehaltes von Schwefelnatrium 190.

Caldas jr., I., siehe Levy, G. B.

Calkins, L. E., und White, M. M. Spektrographische Bestimmung von Metallen in Schmiermaterialien 44.

Calo, A., Mariani, A., und Mariani-Marelli, O. UV-spektrophotometrische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 310.

Calvez, J., siehe Coppenet, M.

Canbäck, T. Wasserbestimmung nach Karl Fischer in pharmazeutischen Produkten 388.

Cannon, J. A., Zilch, K. T., und Dutton, H. J. Gegenstromverteilung der Methylester höherer Fettsäuren 57.

Caroli, A., siehe Benussi, I.

Carpenter, D. C. Papierchromatographische Trennung von Nucleinsäurederivaten 138.

Carson jr., W. N. Coulometrische Titration von Uran 450.

Carstens, C., siehe Kirsten, W.

Casini, A., siehe Bovalini, E.

Cassidy, H. G., siehe Kowkabany, G. V.

Castiglioni, A., und Bionda, G. Über die Analyse des Cyclohexanons 38 [Or], 189. — Über den Nachweis des Heliotropins in Vanillin-Heliotropinmischungen 189 [Or].

Castor, C. R., und Saylor, J. H. Amperometrische Bestimmung von Fluor-Ion 447.

Cavanaugh, D. J., und Glick, D. Cholesterinbestimmung in kleinsten Gewebsmengen 316.

Cavichi, G. Nachweis von Nicotinsäureamid, Coramin und Bilamid 397.

Ceriotti, G. Mikrobestimmung der Desoxyribonucleinsäure 320.

Čerkasov, A. L., siehe Kullberg, L. M.

Černý, P., siehe Okáč, A.

Chamberlin, N. S., siehe Marks, H. C.

Chavanne, P., und Marie, H. Isolierung von Triäthylenglykol aus Wasser und Glycerin 212.

Cheng, K. L., und Bray, R. H. Bestimmung von Kupfer im Boden und in Pflanzenmaterial 297.

Cheng, K. L., Kurtz, T., und Bray, R. H. Komplexonmethode zur Bestimmung von Calcium, Magnesium in Kalkstein 53.

Cheng, K. L., Melsted, S. W., und Bray, R. H. Komplexonmethode zur Bestimmung von Calcium und Magnesium 54.

Chinn, H. J., siehe Craven, Ch. W.

Chow, D. T.-Wh., und Robinson, R. J. Polarographische Bestimmung von Nitrat in Meerwasser 439.

Chow, T. J., und Thompson, T. G. Colorimetrische Kupferbestimmung in Seewasser 283.

Chowdury, I. K. Carboxylierung von Papier zur Papierchromatographie 459.

Chung, D., siehe Levy, A. L.

Clark, B. B., siehe Mitchell, R.

Clarke, F. E. Mercurimetrische Titration von Chlorid 290.

Clasper, M., siehe Haslam, J.

McClennan, M. L., siehe Wall, M. E.

Cohen, E., u. Mitarb. Herstellung von reinstem Antimon 50.

McComb, E. A., und McCready, R. M. Colorimetrische Pektinbestimmung mit Carbazol 213.

Consden, R., Gordon, A. H., und Martin, A. J. P. Apparatur für papierchromatographische Trennungen 463.

Cooke, W. D. Anwendung einer rotierenden Silberamalgamelektrode 434. — Siehe auch Reilley, C. N.

Cooper, A. D., und Green, M. W. Mikroanalytische, amperometrische Bestimmung von Schwermetallen in pharmazeutischen Produkten 447.

Cooper, R. L., siehe Wedgwood, Ph.

Cooper, W. W., und Matern, P. Analyse von Pyrrhotin 439.

Cooperman, J. M., Drucker, R., und Tabenkin. Mikrobiologische Bestimmung von Vitamin B_{12} 221.

Copley, M. J., siehe Porter, W. L.

Coppenet, M., und Calvez, J. Bestimmung von aktivem Mangan in Mangelböden 374.

Corbitt, H. B., siehe Pratt, E. L.

Corey, R. B., und Jackson, M. L. Silicatanalyse 373.

Cornand, P., van Doorselaer, M., und Gillis, J. Spektrographische Bestimmung von Wismut in Blei 42.

Couch, F. J., siehe Porter, W. L.

Courteix, J. Bestimmung von Vitamin B_1 nach der Thiochrommethode 219.

Craven, Ch. W., Reissmann, K. R., und Chinn, H. J. Infrarotspektra von Porphyrinen 122.

Crawley, R. H. A. Stickstoffbestimmung im Stahl 71.

McCready, R. M., siehe McComb, E. A.

Cremer, H. D., und Tiselius, A. Papierelektrophoretische Serumanalyse 139.

Cremer, H. D., siehe Hoppe-Seyler/Thierfelder 215 [L].

McCrone, W. C., siehe Laskowski, D. E.

Cronheim, G., und Ware, P. A. Farbreaktion für Antihistamine 392.

Crosby, E. K., siehe Fetzer, W. R.

Cueto, C., siehe Edwards, F. I.

McCullough, R. L., und Stone, K. G. Bestimmung von 2,3-Dihydropyran 378.

Cupples, H. L. Infrarotspektrophotometrische Bestimmung von Rotenon und Dihydrorotenon 386.

Dahl, L. K. Calciumbestimmung in Geweben durch Anfärbung mit Alizarin S 229.

Dancan, C. W., siehe Johnston, B. R.

Dannenberg, E. Nitritnachweis im Harn 232.

Daune-Dubois, N., siehe Kirrmann, A.

Davidow, B., siehe Radomski, J. L.

Davies, G., Levin, B., und Oberholzer, V. G. Bestimmung von Serumeisen und der Eisenbindungsfähigkeit 238.

Davis, H. M., siehe Reynolds, G. F.

Dean, J. A., siehe Willard, H. H.

Dean, L. A., siehe Shaw, E.

Dean, R. B., Wiser, W. C., Martin, G. E., und Barnum, D. W. Schutzkolloide bei der argentometrischen Titration von Chlor-Ion 56.

Decker, P. Übersicht über das Gebiet der Papierchromatographie 130.

Decker, P., Riffart, W., und Wagner, H. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren im Harn 135.

Dedonder, R. Papierchromatographie der Zucker 130.

Delabarre, Y., siehe Anderson, R. Ch.

Delaville, M. und G., und Galli, A. Bestimmung von Pregnandiol 318.

Delaville, M., siehe Delaville, G.

Delory, G. E., siehe Suderman, H. J.

Deltombe, J. Analytik der Nicotinsäuregruppe 397.

Demann, W., und Adelsberger, A. Colorimetrische Schwefelkohlenstoffbestimmung mit Kupferoleat-Piperidin 272.

Demayo, P., siehe Flynn, F. V.

Desai, R. G., siehe Joshi, P. N.

Deshmukh, G. S., und Xavier, J. Fällungsverfahren von Thorium 147.

Deutscher Normenausschuß. DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse 119 [L].

Devor, A. W. Molisch-Reaktion auf Kohlenhydrate mit α-Naphthol 158.

Dibbern, H.-W. Farbreaktion von organischen Verbindungen mit Lignin 395.

Diehl, H., Goetz, Ch. A., und Hach, C. C. Einfluß von Polyphosphaten auf die Härtebestimmung 363.

Diemair, W., siehe Hoppe-Seyler/Thierfelder 215 [L].

van Dijk, H., siehe Gouverneur, P.

Dillon, R. T., siehe Taylor, A. E.

Dilts, R. V., siehe Furman, N. H.

Dische, Colorimetrische Mikrobestimmung der Desoxyribonucleinsäure 320.

Diskant, E. M. Stabile Eriochromschwarz T-Lösungen zur komplexometrischen Härtebestimmung in Wasser 52.

Dittmar, C., siehe Hoppe-Seyler/Thierfelder 215 [L]

Doden, W., und Kopf, R. Bestimmungsmethode für p-Acetylaminobenzaldehyd-thiosemicarbazon 160.

Domange, L. Allgemeines über Arzneimittelanalyse 301.

Domange, L., und Seguin, L. Bestimmung von Kalomel in Arzneimitteln 301.

Domleo, A. P. Titration von Isonicotinsäurehydrazid mit Kaliumjodatlösung 308.

Donath, J. Bestimmung von Chinolin 257.

van Doorselaer, M., siehe Cornand, P.

Dorta-Schaeppi, Y., und Treadwell, W. D. Potentiometrische Bestimmung von Ozon in Trinkwasser 286.

Doskočil, J., und Vondráček, M. Polarographischer Nachweis und Bestimmung von Aureomycin 129.

Dowling, E. J., siehe Jones, A. R.

Dowell, L. G., siehe Kiffer, A. D.

Dragt, G. Polarographische Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan 383.

Drekter, I. J., Heisler, A., Scism, G. R., Stern, S., Pearson, S., und McGavack, T. H. Bestimmung von Ketosteroiden 318.

Dreywood, R. Anthronreagens auf Digitonin 394.

Driesens jr., C. E., siehe Mottlau, A. Y.

Drucker, R., siehe Cooperman, J. M.

Dubbs, C. A. Erhöhung der Empfindlichkeit des Perkin-Elmer-Flammenphotometers 46.

Dunleavy, R. A., siehe Oesper, R. E.

Durant, J. Papierchromatographische Bestimmung von Phenolen, Phenolsäuren und ihren Derivaten in Serum und Harn 133.

Ďurovič, S. Polarographische Analyse von Pyrrhotin 439.

Dutkiewicz, T. Quecksilberbestimmung in Luft und Harn 230.

Dutton, H. J., siehe Cannon, J. A.

Eddy, C. R., siehe Wall, M. E.

Edwards, F. I., und Cueto, C. Quantitativer Nachweis von Pyrethrin 214.

Eeckhout, J. Berechnung des p_H-Wertes einer Salzlösung 50.

Eggersen, K., siehe Veibel, St.

Ehrlich, P., siehe Pietzka, G.

Elbeih, I. I. M., siehe Pollard, F. H.

Ellis, G. H., siehe Gregory, R. L.

Ellis, H., Zook, E. G., und Baudisch, O. Colorimetrische Bestimmung von Bor mit Antrimid 407.

Ells, V. R., McKay, E. S., und Paul, H. E. Bestimmung von Nitrofurazon 300.

Elson, L. A., und Morgan, W. Th. J. Glucosaminbestimmung 240.

Elvin, E. J., siehe Knodel, I. R.

Emmrich, R. Elektrophoretische Serumproteinanalyse 464.

Engel, C. E., siehe Fetzer, W. R.

Englis, D. T., und Wollerman, L. A. Bestimmung von Glycerin durch Oxydation mit Dichromat 156.

Engst, R., siehe Pohloudek-Fabini, R.

Epstein, J. Pyridin-Pyrazolonmethode zur Cyanidbestimmung 283.

Escobar-Del Rey, F., siehe Mora-Lara, R. J.

van Espen, J. Bestimmung von Bromoform in Sirupen und Pillen 301. — Gravimetrische Bestimmung von Prominal 303. — Trennung von Diphenylhydantoinsäure und Luminal 304.

Ettinger, M. B., siehe Kroner, R. C.

Evans, R. C. Einführung in die Kristallchemie VIII. 198 [L].

Fainer, P., siehe Myers, J. L.

Fanto, R., siehe Zeisel, S.

Farmilo, Ch. G., siehe Levi, L.

Farrington, P. S., Meier, D. J., und Swift, E. H. Coulometrische Titration an Kupfer(II)-bromidlösungen 449. — Siehe auch Buck, R. P.

Faschalek, J. Methoden zur Bestimmung von MAP und PAS 389. — Gravimetrische MAP-Bestimmung 390.

Faschalek, J., und Schubert, A. Bestimmung von MAP 390.

Feigl, F. Bestimmungsmethode für Zirkonium 146. — Reagens zur Erkennung von Thioharnstoffen in Papierchromatogrammen 462.

Feldman, C. Spetralanalyse von Alkalimetallen 45.

Fergus, D., siehe Levy, G. B.

Fernando, Qu., und Phillips, J. P. Papierchromatographische Trennung auf imprägniertem Papier 453.

Fetzer, W. R., Crosby, E. K., und Engel, C. E. Wertbestimmung von Entfärbungskohle 78.

Feucht, H., und Zörner, A. Die Anwendung der partiellen Fällung und der ferromagnetischen Sedimentation auf die Aluminiumbestimmung in Stahl 40 [Or].

Fiedler, E., siehe Graf, E.

Fischer, R. B., und Fisher, D. J. Konduktometer 58.

Fischer, W., siehe Biltz, H.

Fisher, D. J., siehe Fischer, R. B.

Fisher, S. A., und Meloche, V. W. Trennung des Rheniums von Molybdän durch Ionenaustausch 48.

Flaschka, H. Komplexometrische Bestimmung von Metallen 20.

Flaschka, H., und Holasek, A. Komplexometrische Bestimmung von anorganischem Phosphat im Blutserum 364.

Flynn, F. V., und Demayo, P. Papierelektrophoretische und photometrische Serumanalyse 139.

Fomičeva, N. I. Bestimmung kleiner Mengen DDT auf gefärbten Oberflächen 383.

Forster, W. A. Komplexometrische Bestimmung kleiner Mengen Magnesium in pflanzlichem Material 363.

Fossoul, Cl. Farbreaktionen der Antihistaminica 392.

Foulk, C. W., und Bawden, A. T. Dead-stop-Methode 449.

Fowden, L. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 135.

Franchi, G. Volumetrische Bestimmung von Mercaptoverbindungen 155. — Siehe auch Monti, L.

Frediani, H. A. Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren, 142.

Freeman, F., und Gardner, K. Bestimmung von 4-Chlor-2-methylphenoxyessigsäure in technischen MCPA 380.

Freeman, St. K. Bestimmung von Allethrolon 379.

Freier, R. Colorimetrische Sauerstoffbestimmung in wäßrigen Lösungen 285.

Fresenius, Ph. Gehaltsbestimmung von Sulfonamiden 306.

Fresenius, W., und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie. III. Teil. Quantitative Bestimmungs- und Trennungsmethoden 117 [L].

Friedemann, T. E., und Graeser, J. B. Bestimmung von Milchsäure in konzentriertem Getreideweichwasser 315.

Friedemann, T. E., und Haugen, G. E. Colorimetrische Bestimmung der Abbauprodukte von Dichlorbernsteinsäuredimethylester 379.

Fuchs, L., und Soos, E. Haltbarkeit von Vitamin A in verschiedenen Lösungsmitteln 175.

Fuchs, R., Waters, R. C., und Vanderwerf, C. A. Nachweis von Epoxyden 154.

Fuchs, W., Hömig, H. E., und Leyer, A. Das Problem der Behandlung von Gleichgewichten mit vielen Komponenten im Rahmen der Technologie des Kesselspeisewassers 102 [Or].

Führ, J., siehe Hoppe-Seyler / Thierfelder 215 [L].

Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M.

Fujiwara, M., und Matsui, K. Bestimmung von Thiamin als Thiochrom 219.

Fukushima, S., siehe Yamaguchi, K.

Funk, H., und Winter, H. Schwierigkeiten bei der Destillation von Borsäuremethylester 406.

Furman, N. H., und Bricker, C. E. Polarographische Bestimmung von Phthalsäure in Benzoesäure 129.

Furman, N. H., Bricker, C. E., und Dilts, R. V. Coulometrische Titration von Uran (IV) mit elektrolytisch erzeugtem Cer (IV) 451. — Siehe auch Reilley, C. N.

Furrer, H., siehe Staub, M.

Gad, G., siehe Haase, L. W.

Galli, A., siehe Delaville, M.

Gamlen, G. A., siehe Addison, C. C.

Gandron, Ch., und Jaudon, E. Cadmiumbestimmung in Metallguß 371.

Garattini, S., siehe Morvillo, V.

Gardner, K., siehe Freeman, F.

Garhart, M. D., Witmer, F. J., und Tajima, Y. A. Infrarotspektroskopische Mikrobestimmung von Aldrin und Dieldrin 384.

Garrat, D. C., siehe Brealey, L.

Garwin, L., und Haddad, Ph. O. Analyse ternärer Gemische von Essigsäure, Wasser und Dimethylanilin 367.

Gassmann, A. G., und O'Neill, W. R. Spetrographische Bestimmung von Metallen in Schmiermaterialien 44.

Gattermann, L., und Wieland, H. Die Praxis des organischen Chemikers 34. Aufl. 119 [L].

Gautier, J.-A. Mises au point de Chimie Analytique pure et appliquée et d'Analyse Bromatologique 118 [L].

McGavack, T. H., siehe Drekter, I. J.

Gazzi, V. „Linienanhebung" in der Spektralanalyse 40.

Gebauer, A., siehe Mayr, C.

Geinitz, W., siehe Hoppe-Seyler / Thierfelder 215 [L].

Gemeinhardt, K., siehe Hoppe-Seyler / Thierfelder 215 [L].

Gemeinhardt, K., und Rangnick, G. P. Analytik des Isonicotinsäurehydrazids 307.

Gemmill, C. L., siehe Watkins, J. M.

Gerritz, H. W. Colorimetrische Phosphorsäurebestimmung 210.

de Geyndt, E., siehe Lacourt, A.

Ghe, A. M., siehe Venturello, G.

Giesen, K., siehe Glemser, O.

Gilcreas, F. W., und Hallinan, F. J. Colorimetrische Chlorbestimmung mit o-Tolidin 290.

Gillard, J., siehe Lacourt, A.

Gillis, J., siehe Gornand, P.

van Ginkel, L., siehe van de Kamer, J. H.

Giri, K. V., Radhakrishnan, A. N., und Vaidyanathan, C. S. Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren, Bedeutung von Kupferspuren 134.

Giri, K. V., und Rao, N. A. N. Schnelle Identifizierung von Aminosäuren 133. — Verfahren zur Trennung von Aminosäure 134.

Girina, V. V., siehe Poležaev, N. G.

Glasgow, G. U., siehe Marks, H. C.

Glass, J. R., siehe Milner, O. J.

Glemser, O., Raulf, E., und Giesen, K. Photometrische Schnellbestimmung von Aluminium, Eisen und Titan in Tonen und feuerfesten Stoffen 86 [Or].

Glick, D., siehe Cavanaugh, D. J.

Glover, J. H., siehe Hodgson, H. W.

Goerner, H., siehe Schultz, O.-E.

Goetz, Ch. A., siehe Diehl, H.

Goldberg, C. Tüpfelprobe zur Unterscheidung zwischen Monel-Metall und Nickel-Silberlegierung 372.

Goldschmiedt, G. Bestimmung von Methoxylgruppen 345.

Goldstein, F. Colorimetrische Rhodanidbestimmung im Blut 232.

Gooderham, W. J. Dynamische Gasanalyse 63.

Gootjes, J., und Nauta, W. T., Bestimmung von p-Acetylaminobenzaldehyd-thiosemicarbazon 160.

Gootjes, J., Bos, J. H., und Nauta, W. T. Bestimmungsmethode für p-Acetylaminobenzaldehyd - thiosemicarbazon 160.

Gordon, A. H., siehe Consden, R.

Gordon, B. E., und Urner, R. S. Amperometrische Schnellmethode zur Sulfat- und Sulfitbestimmung in Petroleumsulfonaten 446.

Gordon, L., und Stine, C. R. Amperometrische Titration von Thorium 444.

Gordon, L., Vanselow, C. H., und Willard, H. H. Behandlung von Monazitsand vor der amperometrischen Thoriumbestimmung 444.

Gordon, N., und Beroza, M. Bestimmung der Herbicide 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure und 2,4,5-Trichlorphenoxyessigsäure 379.

Gordon, S. A., und Weber, R. P. Chromatographische Bestimmung des Wuchsstoffes Indol-3-essigsäure 319.

Goris, J.-E., und de Hauss, J.-L. Colorimetrische Bestimmung von Chlor im Wasser 289.

Gortner, W. A., siehe Young, H. Y.

Gotô, H., und Takeyama, Sh. Kohlenstoffbestimmung in metallischem Aluminium 69.

Gould, C. J., siehe Miller, V. L.

Gouverneur, P., und van Dijk, H. Dichtebestimmung von Petroleumfraktionen 73.

Graeser, J. B., siehe Friedemann, T. E.

Graf, E., und Fiedler, E. Titration von Alkaloidsalzen, Aminophenazon, Antihistaminen und quartären Basen 397.

Graham, R. P., Hitchen, A., und Maxwell, J. A. Polarographische Bestimmung von Titan in Stahl und Nickellegierungen 127.

Granderye, L. M. Traité pratique d'analyse par voie sèche Bd. III 198 [L].

Grant, E. W., und Hilty, W. W. Abtrennung des Morphins von Codein mit Hilfe von Ionenaustausch 49.

Grasshof, H., und Lippold, U. Eigenschaften und Bestimmung des Procainglucosids 303.

Grassmann, W., und Hannig, K. Elektrophoretisches Verfahren zur Untersuchung von Arzneimitteln 138. — Papierelektrophoretische Serumanalyse 139. — Elektrophoretische Serumuntersuchungen 140. — Papierelektrophoretische Trennung von Lysin, Leucin und Glutaminsäure 460.

Grat-Cabanac, M., Bestimmung von Eisen(II) mit α, α′-Dipyridyl 241.

Gray, D. J. S. Bestimmung von Quecksilberspuren im Harn 229.

Greathouse, G. A., siehe Shirk, H. G.

Green, J. Bestimmung von Vitamin D 223.

Green, M. W., siehe Cooper, A. D.

Gregory, R. L., Norris, C. J., und Ellis, G. H. Kobaltbestimmung 300.

Greuter, E. Grundlagen der Coulometrie 448.

Grözinger, U., siehe Schäfer, H.

Grosse, A. V., Hindin, S. G., und Kirshenbaum, A. D. Massenspektrometrische Sauerstoffbestimmung in Kohlenwasserstoffen 362. — Siehe auch Kirshenbaum, A. D.

Grosskopf, K. Chromometrische Analyse 62.

Grote, I. W. Reagens zur Erkennung von Thioharnstoffen in Papierchromatogrammen 462.

Grütz, W., siehe Lehmann, E.

Grund, H., siehe Krauss, W.

Gruwic, S. S., siehe Aleksiejewa, M. W.

Gspahn, H., siehe Reichard, O.

Guagnini, O. A., siehe Vonesch, E. E.

Gunn, E. L., siehe Karchmer, J. H.

Guthrie, J. D., siehe Pons jr., W. A.

Haase, L. W., und Stooff, H., Gad, G., und Wesly, W. Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser-und Schlammuntersuchung 281 [L].

Haberland, G. Bestimmung von MAP 390.

Hach, C. C., siehe Diehl, H.

Haddad, Ph. O., siehe Garwin, L.

Hagedorn, P., siehe Scholz, E.

Hall, A., siehe Hunter, J. G.

Hall, J. R., siehe Nash jr., H.

Haller, H. L., siehe Schechter, M. S.

Hallinan, F. J., siehe Gilcreas, F. W.

Halpern, G. D., siehe Terentjew, A. P.

Halvorson, H. D., siehe Johnson, P. W.

Ham, A. J., Noar, J., und Revnolds, J. G. Spektralanalytische Bestimmung von Metallen in Schmiermaterialien 44.

Hamilton, M. B., siehe Allen, Sh. H.

Hammaker, E. H., siehe Allen, E.

Hampel, G. Rohfaserbestimmung 349.

Hanes, C. S., und Isherwood, F. A. Anfärbung von Phosphaten und Metaphosphaten auf Filtrierpapier 464.

Hannig, K., siehe Grassmann, W.

Hans, W., und Bergmeyer, H.-U. Leybold polarographische Berichte Bd. I 198 [L].

Hansen, A. L., und Robinson, R. J. Bestimmung von organisch gebundenem Phosphor in Meerwasser 294.

Hara, R., siehe Kimura, K.

Harnack, W. Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan in Mischung mit DDT 383.

Harper, E. L., Sauerstoffbestimmung in Wasser 285.

Harper, P. V. Kohlenmonoxydbestimmung im Blut 231.

Harris, W. E., siehe Kolthoff, I. M.

Harrison, T. S., siehe Trevelyan, W. E.

Hart, H. Analyse von Gemischen von o- und p-alkylierten Phenolen 158.

Hartkamp, H., siehe Specker, H.

Haslam, J., und Clasper, M. Wasserbestimmung in Nylon 296.

Haugen, G. E., siehe Friedemann, T. E.

de Hauss, J.-L., siehe Goris, J.-E.

Hayes, R. A., siehe Schechter, M. S.

Hecht, E., und Mink, Ch. Ausführung der Ninhydrinreaktion 459.

Hedrich, Potentiometrische Titration von Eisen(II) mit Cyanoferrat (III) 241.

Heisler, A., siehe Drekter, I. J.

Helberger, J. H., Manecke, G., und Heyden, R. Einführung von Sulfogruppen auf Papier zur Verwendung in der Papierchromatographie 460.

Henglein, A., Schrader, G., und Mühlmann, R. Quantitative infrarotspektroskopische Bestimmung des Isomerenverhältnisses in dem System-Insecticid „Systox" 276 [Or].

Henneberg, W., und Stohmann, F. Rohfaserbestimmung in Futtermitteln 348.

Henrickson, R. B., und Sandell, E. B. Bestimmung von Molybdänspuren in Silicatgesteinen 211.

Herasymenko, P. Untersuchung von Phthalsäureanhydrid auf Maleinsäureanhydrid 129.

Herd, M. Identitätsprüfung von Ölproben 377.

Hermon, S. E., siehe Mills, E. C.

Herrmann, R. Flammenphotometrische K-, Na- und Ca-Bestimmung im Serum 47.

Herrmann, R., und Baumann, R. Flammenphotometrische Analyse von Serum 47.

Herrmann, R., und Schellhorn, H. Verringerung des Flüssigkeitsbedarfs bei flammenphotometrischen Untersuchungen 46.

Herzig, J., und Pollak, J. Bestimmung von Methoxylgruppen 345.

Hess, W. C., siehe Neidig, B. A.

Heukelekian, H., siehe Rand, M. C.

Heyden, R., siehe Helberger, J. H.

Heyrovský, J. Oscillographische polarographische Analyse 435. — Siehe Leybold polarographische Berichte (Hans-Bergmeyer) [L].

Heyrovský, J., und Foreijt, J. Oscillographische polarographische Analyse 435.

Hiatt, E. P., siehe Straughn, W. R.

Hiller, A., siehe van Slyke, D. D.

Hilty, W. W., siehe Grant, E. W., sowie Ribley, A. M.

Hindin, S. G., siehe Grosse, A. V.

Hinsberg, K., siehe Hoppe-Seyler / Thierfelder 215 [L].

Hirase, S., Araki, Ch., und Nakanishi, S. Sprühreagens zum Nachweis reduzierender Zucker auf Papierchromatogrammen 462.

Hirozawa, St. T., und Brasted, R. C. Amperometrische Titration der Aminosulfonsäure und ihrer Salze 444.

Hirsjärvi, V. P., und Andersen, L. Über die Rohfaserbestimmung. II. 348 [Or].

Hitchen, A., siehe Graham, R. P.

Hlucháň, E., und Mayer, J. Manganbestimmung in natürlichen Wässern 291.

Hodgson, H. W., und Glover, J. H. Bestimmung des Wassergehaltes von flüssigem Ammoniak mit dem Karl-Fischer-Reagens 66.

Höfer, P. Jodbestimmung in Wasser und Solen 291.

Hömig, H. E., siehe Fuchs, W.

Hoffmann, W. Analytik des Analgeticums Polamidon 305.

Hoffpauir, C. L., siehe Pons jr., W. A.

Holasek, A., siehe Flaschka, H.

Holbrook, M., siehe Brooke, M.

Holiday, E., und Johnson, E. Lokalisierung von Verbindungen im gefilterten UV-Licht bei der Papierchromatographie 137.

Hollander-Koehler, L. Farbreaktion von Kohlenhydraten mit Anthron 157.

Holler, A. C., und Huch, R. V. Colorimetrische Nitratbestimmung 148.

Holowchak, J., Wear, G. E. C., und Baldeschwieler, E. L. Stickstoffbestimmung in Erdöl und Erdölprodukten 75.

Holth, T. Abtrennung des Calciums als Oxalat 53.

Hoppe, W., siehe Reindel, F.

Hoppe-Seyler/Thierfelder, Handbuch der physiologisch- und pathologisch-chemischen Analyse 215 [L].

Horn, D. Colorimetrische Bestimmung des Antihistamins Benadryl 392.

Hornstein, I., und Sullivan, W. N. Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan in Luft 381. — Siehe auch Schechter, M. S.

Horwitt, B. N. Bestimmung von anorganischen Serumphosphaten 234.

Huang, R. L., und Morsingh, F. Anomalie bei der Zeiselschen Methoxyl-Bestimmung 153.

Huch, R. V., siehe Holler, A. C.

Hübener, H. J. Flammenphotometrische Ca-Bestimmung im Serum 48.

Hübener, J., und Schmidt, L. Chlorbestimmung im Blutserum 237.

Hüter, F. Nachweis von β-Naphthol 158.

Hummel, R. A., und Sandell, E. B. Bestimmung von Aluminium in Gegenwart großer Mengen Eisen 143.

Hungerland, H., Stach, D., und Weber, H. Bestimmung von primärem Phosphat im Harn 234.

Hunter, D. P., siehe Wells, J. E.

Hunter, J. G., und Hall, A. Turbidimetrische Bestimmung von Ca in Pflanzen und Böden 298.

Hussey, A. S., und Maurer, J. E. Arbeitsweise zur Mikrobestimmung aliphatischer Aminogruppen 153.

Hylton, V. M., siehe van Meter, R. A.

Hyzer, R. E., Bestimmung von C_4-Kohlenwasserstoffen in den Absorptionsflüssigkeiten der Butadienfabrikation 64. — Bestimmung der Acetylene in Butadien 65.

Iijima, N., siehe Kimura, K.

Immig, H., und Jander, G. Proportionalität zwischen zugesetzter H_2S-Menge und ausgefälltem PbS 328.

Ingols, R. S., und Murray, P. E. Sauerstoffverbrauch von Abwässern 287.

Inouye, Y., und Noda, M. Papierchromatographische Trennung höherer gesättigter Fettsäuren 458.

Intonti, R., siehe Rossi, C.

Irion, W., und Moosmüller, E. Anwendung der Papierchromatographie zur Beurteilung des Reaktionsverlaufs bei Hydrierungen 320.

Isherwood, F. A., siehe Hanes, C. S.

Ishibashi, M., und Fujinaga, T. Verwendung von Metallelektroden mit hohem negativem Potential in der Amperometrie 445.

Ishidate, M., Okano, S., und Kuwada, Y. Empfindlichkeit der colorimetrischen Eiweißbestimmung 315.

Ishidate, M., und Sakaguchi, T. Empfindlichkeit des Indicators Tetrabromphenolphthaleinäthylester zur Eiweißbestimmung 314.

Israelstam, S. S. Schnellbestimmung von C und H in organischen Substanzen 60. — Siehe auch Backeberg, O. G.

Isselbacher, K. J., siehe Kellogg, R. H.

Ito, M., siehe Yamaguchi, K.

McIver, R. D., siehe McNevin, W. M.

Iwasaki, I., Utsumi, S., und Ozawa, T. Colorimetrische Bestimmung von Chlorid in Wasser 291.

Iya, K. K., siehe Sreenivasamurthy, V.

Jackson, M. L., siehe Corey, R. B.

Jacobs, W., siehe Jerchel, D.

Jacobson, jr. I. A., siehe van Meter, R. A.

Jahn, C., siehe Schoeller, W. R.

Jander, G., siehe Fresenius, W. Handbuch der analytischen Chemie 117 [L], sowie Immig, H.

Jarnagin, R. C., Jones, J. T., Willbanks, O. L., und Kenner, Ch. T. Bleibestimmung durch Messung des $PbSO_4$-Volumens 145.

Jaudon, E., siehe Gandron, Ch.

Jellinek, K., und Winogradoff, L. Fällung von Eisen(II) mit Kaliumcyanoferrat(III) 241.

Jenkins, A. C., siehe Birdsall, C. M.

Jenkins, D., siehe Reddy, W. J.

Jenkins, S. H., siehe Norman, A. G.

Jennings, W. P., siehe Laitinen, H. A.

Jensen, K. B., Fluorimetrische Bestimmung von Digitoxigenin, Digitoxin und Purpureaglucosid A 394.

Jerchel, D., und Jacobs, W. Papierchromatographische Trennung von Alkylpyridinen 462.

Jiménez-Gómez, S., siehe Burriel-Martí, F.

Jindra, A., und Rentz, J. Bestimmung von Narcoticis 49.

Johansson, A. Wasserbestimmung in pharmazeutischen Produkten 388.

Johnson, C. L. Analyse von Stickoxydmischungen 365.

Johnson, E., siehe Holiday, E.

Johnson, P. W., Halvorson, H. D., und Tsuchiya, H. M. Sauerstoffverbrauch von Abwässern 287.

Johnston, B. R., Duncan, C. W., Lawton, K., und Benne, E. J. Flammenphotometrische Kaliumbestimmung in Pflanzenmaterial 47.

Jones, A. R., Dowling, E. J., und Skraba, W. J. Identifizierung organischer Säuren auf Papierchromatogrammen 457.

Jones, G. B. Polarographische Bestimmung von Cu und Zn in Pflanzenmaterial und Bodenproben 441.

Jones, G. B., und Underdown, R. E. Colorimetrische Nitratbestimmung in Pflanzenmaterial 376.

Jones, J. T., siehe Jarnagin, R. C.

Joshi, P. N., und Desai, R. G. Bestimmung von Vitamin E im Blutplasma 225.

Jungfleisch, M. L., siehe Tribalat, S.

Jungkunz, R., siehe Pritzker, J.

Juon, P. Glaswolle beim Filtrieren von Rohfasern 351.

Justisz, M. Papierchromatographischer Nachweis und Bestimmung von Aminosäuren und Aminoalkoholen 130.

Kageyama, M., siehe Konno, K.

Kainz, G. Mikroanalytische Filtrationstechnik 367.

Kainz, G., und Resch, E. Reduktion organischer Substanzen durch Kalium zur Schwefelbestimmung 419.

Kalant, N., und McArthur, C. S. Bestimmung von Natriumthiosulfat und p-Aminohippursäure in biologischem Material 234.

Kalbfleisch, W., siehe Magee, A. I.

Kamada, M., siehe Watanabe, A.

van de Kamer, J. H., und van Ginkel, L. Rohfaserbestimmung 349.

Karavaev, B. J., siehe Spryskov, A. A.

Karchmer, J. H., und Gunn, E. L. Bestimmung von Spurenmetallen im Erdöl 74.

Kareeva, V. D., siehe Savickaja, E. M.

Karrer, P., und Wehrli, W. Einführung quaternärer Aminogruppen auf Papier zur Verwendung in der Papierchromatographie 460.

Karsten, P., Kies, H. L., und Walraven, J. J. Bestimmung von Zinn in gefälltem Antimonsulfid 144.

Kasahara, siehe Shibata, Sh.

Kawatani, T., siehe Yamaguchi, K.

McKay, E. S., siehe Ells, V. R.

Keilin, B., und Otvos, J. W. Amperometrische Bestimmung der Amidosulfonsäure mit Nitrit 445.

Kellogg, R. H., Burack, W. R., und Isselbacher, K. J. Potentiometrische Chlorbestimmung im Harn 237.

Kelly, M. W. Destillation von Bor als Borsäuremethylester 405.

Kemali, D., und Porcellati, G. Papierchromatographische Bestimmung der Aminosäuren im menschlichen Liquor 135. — Bemerkungen zur Technik der papierchromatographischen Bestimmung von Aminosäuren 135.

Kennedy, E. E., siehe Ribley, A. M.

Kenner, Ch. T., siehe Banewicz, J. J., sowie Jarnagin, R. C.

Kenny, F., und Kurtz, R. B. Titration undurchsichtiger Flüssigkeiten mit Luminol 55.

Kenyon, W. C. Infrarotspektroskopischer Nachweis von Toxaphen 122.

Ketomao, A., und Ruosteenoja, R. Bestimmung von Eiweiß im Liquor cerebrospinalis und im Harn 314.

Khouvine, Y., siehe Zalta, J.-P.

Khym, J. X., und Zill, L. P. Analyse von Zuckern durch Ionenaustauschchromatographie 49.

Kies, H. L., siehe Karsten, P.

Kiffer, A. D., und Dowell, L. G. Automatischer Ozonanalysator 62.

Kihlborg, L., siehe Magnéli, A.

Kimball, W. A., siehe Barney, II, J. E.

Kimura, K., Hara, R., und Iijima, N. Bestimmung von Metallen in biologischem Material 226.

King, E. J. Colorimetrische Mikrobestimmung von Phosphor 233.

King, R. P., siehe Bolin, D. W.

Kinnunen, J., und Merikanto, B. Aluminiumbestimmung in Kupferlegierungen 371.

Kirby, H., siehe Williams, R. J.

Kirch, E. R., siehe Klee, F. C.

Kirchner, J. G., siehe Miller, J. M.

Kirchner, J. P., siehe Milner, O. J.

Kirrmann, A., und Daune-Dubois, N. Titration in organischen Lösungsmitteln 202.

Kirschbaum, A. Colorimetrische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 309.

Kirshenbaum, A. D., Streng, A. G., und Grosse, A. V. Direkte Sauerstoffbestimmung in Kohlenwasserstoffen und Fluorkohlenstoffderivaten 362. — Siehe auch Grosse, A. V.

Kirsten, W., und Carstens, C. Reduktion organischer Substanzen mit Kalium zur Schwefelbestimmung 419.

Kittleson, A. R. Colorimetrische Bestimmung des Fungicids N-Trichlormethylthiotetrahydrophthalimid 385.

Kiyomoto, A., siehe Ozawa, H.

Kjær, A., und Rubinstein, K. Papierchromatographische Trennung N-substituierter Thioharnstoffe 462.

Klamann, D, Wasserbestimmungsmethoden 295.

Kleckner, L. J., und Osol, A. Maßanalytische Bestimmung der Antihistaminbasen und -salze 392.

Klee, F. C., und Kirch, E. R. Adsorptionsanalytische Bestimmung von Morphin in Opium 398.

Klement, R., siehe Sansoni, B.

Klemm, W., siehe Biltz, H.

Klingenberg, J. J., und Papucci, R. A. Bestimmung von Zirkonium im Stahl 72. — Siehe auch Oesper, R. E.

Klinkenbergh, E. A. M., siehe Strengers, T.

Klockmann, R. Komplexometrische Härtebestimmung in Wasser 363.

Klöne, W. Laboratoriumsdiagnose menschlicher Virus- und Rickettsieninfektionen 312 [L].

Klosterman, E. W., siehe Bolin, D. W.

Klumpp, M. E., siehe Wall, M. E.

Knodel, I. R., und Elvin, E. J. Infrarotspektrometrische Bestimumng von Diphenyl in verschiedenen Produkten 122

Kockläuner, R., siehe Zahn, H.

Koenig, W., Reaktion von Pyridin mit Bromcyan 293.

Kolthoff, I. M., und Harris, Mikroanalytische, amperometrische Bestimmung von Schwermetallen 447.

Kolthoff, I. M., Harris, W. E., und Matsuyama, G. Katalysierte Nitratreduktion 439.

Kolthoff, I. M., und Lingane, J. J. Polarography, 2. Aufl. Bd. 1 und 2 198 [L].

Kolthoff, I. M., und Stansby, M. E. Verwendung von Purpurin als Indicator bei der Fluorbestimmung 289.

Komarmy, J. M., Broach, W. J., und Testerman, M. K. Photometrische Reihenbestimmung hoher Nitratgehalte in festen Stoffen 147.

Konno, K., Kageyama, M., und Ueda, T. Titrationsverfahren von Formaldehyd 155.

Kopf, R., siehe Doden, W.

Koren, H., siehe Treiber, E.

Korn, A. H., siehe Naghski, J.

Korr, L. Berechnung des Vitamin A-Gehaltes aus der Absorption 215.

Kottmeyer, G. Bestimmung von Milchsäure in biologischem Material 315.

Kowkabany, G. V., und Cassidy, H. G. Abhängigkeit der R_f-Werte von der Löslichkeit 454.

Kraemer, D. M., siehe Miller, H.

Krantz, J. C., siehe Bell, F. K.

Krauss, W., und Grund, H. Abfall der Extinktion bei Verbindungen der Vitamin A-Reihe 165. — Siehe auch Brüggemann, J.

Kress, R. Fällung von Metallsulfiden in pharmazeutischen Präparaten 388.

Kroner, R. C., Ettinger, M. B., und Moore, W. A. Bestimmung von Pyridin und Pyridinbasen im Abwasser von Kokereien 293. — Siehe auch Moore, W. A.

Kruger, A. Colorimetrische Borbestimmung in Pflanzenmaterial und Böden 209.

Kruse, J. M., und Brandt, W. W. Anwendbarkeit der Zink-1,10-Phenanthrolinkomplexe in der Analyse 56.

Kruse, J. M., und Mellon, M. G. Colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen von Cyanid und Rhodanid 283.

Krusius, F.-E., siehe Leppänen, V.

Krutsch, J. Apparatur zur Dichtebestimmung 73.

Kubo, M., siehe Oda, N.

Kuchtner, M., siehe Specker, H.

Küchlin, A. T., siehe Boeseken, J.

Kullberg, L. M., und Čerkesov, A. L. Reaktion von Hydrazin mit Pikrylchlorid 309.

Kunkel, H. G., und Tiselius, A. Papierelektrophoretische Serumanalyse 139.

Kurtz, R. B., siehe Kenny, F.

Kurtz, T., siehe Cheng, K. L.

Kurzmann, G., siehe Taussky, H. H.

Kûta, J., siehe Nowák, J. V. A.

Kuwada, Y., siehe Ishidate, M.

Lacourt, A., Sommereyns, Gh., de Geyndt, E., Baruh, J., und Gillard, J. Bestimmung von V neben viel Ti 455.

Laitinen, H. A., Jennings, W. P., und Parks, T. D. Bestimmung von Chlor in Insecticiden 379.

Laktionova, T. G., siehe Poležaev. N. G.

Lambert, J. L. Fluoridbestimmung in Trinkwasser 289.

Lamden, M. P. Ascorbinsäureverluste durch Luftoxydation 223.

Landua, A. J., und Awapara, J. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 135.

Lang, K., und Lehnartz, E. Siehe Hoppe-Seyler/Thierfelder, Handbuch der physiologisch- und pathologisch-chemischen Analyse 215. [L].

Laplace, G., siehe Aubry, J.

Laskowski, D. E., und McCrone, W. C. Papierchromatographische Trennung von Kationen an imprägniertem Papier 453.

Lautsch, W., Manecke, G., und Broser, W. Papierchromatographische und papierelektrophoretische Trennung von Aminosäuren 459.

Lawrance, W. A., und Briggs, R. M. Polarographische Nitratbestimmung in Wasser 438.

Lawton, K., siehe Johnston, B. R.

Laxminarayana, H., siehe Sreenivasamurthy, V.

Lederer, E. Theoretische und praktische Grundlagen der Papierchromatographie 130.

Lederer, M. Verwendbarkeit von imprägniertem Whatman-Papier Nr. 1 131. — Papierchromatographische Trennung der seltenen Erden 454. — Bestimmung von V neben viel Ti 455.

Lederer, M., und Ward, F. L. Papierelektrophoretische Trennung der Peroxyde von Ti, V und Mo 455.

Lehmann, E., und Grütz, W. Oxalsäurebestimmung in Pflanzen 377.

Lehmann, J. Mikrobestimmung von Chlor 236. — Bestimmung von p-Aminosalicylsäure mit Dimethylaminobenzaldehyd 388.

Lehnartz, E., siehe Lang, K.

Lein, M., siehe Albanese, A. A.

Leitenberger, L., und Opl, B. Rohfaserbestimmung 349.

Lenaers, G., Bestimmung von MAP 390.

Lenaers, R. Eigentümlichkeiten oscillographischer Polarogramme 434.

Leppänen, V., Krusius, F.-E., und Mettinen, T. Zweizellenflammenphotometer 46.

Levasseur, A. Kennzeichnung des p_H-Wertes nicht rein wäßriger Lösungen 51.

Levering, D. R., siehe Lieber, E.

Levi, L., und Farmilo, Ch. G. Quantitative Bestimmung von Narcoticis durch Ionenaustausch 49.

Levin, B., siehe Davies, G.

Levin, H., siehe Roberts, F. M.

Levin, I. p_H-Messung mit Antimonelektrode 50.

Levy, A. L., und Chung, D. Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 458.

Levy, G. B., Caldas jr., I., und Fergus, D. Wertbestimmung von Polyvinylpyrrolidonpräparaten 80.

Lewis, J. R., siehe Beestron, J. M.

Leyer, A., siehe Fuchs, W.

Lieber, E., Levering, D. R., und Patterson, L. J. Infrarotspektra von Verbindungen mit hohem Stickstoffgehalt 121.

Lingane, J. J. Electroanalytical Chemistry 118 [L]. — Siehe auch Kolthoff, I. M.

Linholt, S. C., siehe Veibel, St.

Linschitz, H., siehe Abrahamson, E. W.

Linser, H., und Maschek, F. Colorimetrische Bestimmung des Wuchsstoffes Indol-3-essigsäure in pflanzlichem Material 319.

Lippold, U., siehe Grasshof, H.

Lipschitz, A., siehe Soloway, S.

Löfgren, N. Papierchromatographische Trennung von Purinen, Pyrimidinen und Nucleosiden 136.

Lord, K. A. Farbreaktion des Pyrethrins 214.

Loucks, M. F., siehe Wengert, G. B.

Love, R. H., siehe Burch, H. B.

Love, S. K., und Thatcher, L. L. Literaturzusammenstellung der analytischen Untersuchung von Wasser 282.

Lowen, W. K., und Baker, H. M. Colorimetrische Mikrobestimmung des Herbicids CMU 385. — Bestimmung von Mangan-äthylenbisdithio-carbaminat (Manzate) 386.

Lowry, O. H., siehe Burch, H. B.

Lucasse, W. H., siehe Meldrum, W. B.

Ludzack, F. J., siehe Moore, W. A.

Lüdtke, M. Weitere Untersuchungen über die Hypojoditmethode zur Bestimmung von Zuckern und zuckerartigen Stoffen 337 [Or].

Luke, C. L. Photometrische Antimonbestimmung in metallischem Blei 372.

Lynn, S., und Mason, D. M. Chrombestimmung durch Oxydation mit Perchlorsäure 149.

Mackela, A. A., siehe Rulfs, Ch. L.

Maddock, J. G., siehe Pollard, F. H.

Mader, W. J., siehe Szalkowski, C. R

Madison, K. M. Sauerstoffverbrauch von Abwässern 287.

Maës, M., siehe Martin, G.

Magee, A. I., und Kalbfleisch, W. Wasserbestimmung von Silagegut, Heu und Getreide 79.

Magnéli, A., Andersson, G., Blomberg, B., und Kihlborg, L. Identifizierung der Mo- und W-Oxyde 77.

Majer, F., siehe Šimek, B. G.

de Maldé, M. Diazometrische Bestimmung von l-Cyan-1,3-butadien 79.

Malouf, E. E., und White, M. G. Bestimmung von Rhenium 152.

Manecke, G., siehe Helberger, J. H., sowie Lautsch, W.

Mareca-Cortés, I. Polarographische Bestimmung des Kupfergehaltes in Wein 442.

Mariani, A., siehe Calo, A.

Mariani-Marelli, O., siehe Calo, A.

Marie, H., siehe Chavanne, P.

Markey, J. W., siehe Bridger, G. L.

Marks, H. C., und Chamberlin, N. S. Bestimmung des Restchlors im Abwasser von Metallverarbeitungsbetrieben 290.

Marks, H. C., Williams, D. B., und Glasgow, G. U. Amperometrische Titration von Chlor mit Phenylarsinoxyd 290.

Marquard, P., und Vogg, G. Bestimmung von Cholin und Acetylcholin durch Fällung mit Kalignost 314.

Martin, A. J. P., siehe Consden, R.

Martin, G., und Maës, M. Photometrische Mikrobestimmung von Bor 142.

Martin, G. E., siehe Dean, R. B.

Martini, V., siehe Riva, G.

Maschek, F., siehe Linser, H.

Mason, C. Komplexometrische Bestimmung kleiner Calciummengen in pflanzlichem Material 363.

Mason, D. M., siehe Lynn, S.

Matern, P., siehe Cooper, W. W.

Matsui, K., siehe Fujiwara, M.

Matsuyama, G., siehe Kolthoff, I. M.

Matuszak, M. P. Jodometrische Bestimmung von Xanthogenat 272.

Maurandi, V. Colorimetrische Bestimmung von Zucker 205.

Maurer, J. E., siehe Hussey, A. S.

Maxwell, J. A., siehe Graham, R. P.

Mayer, G., siehe Schultz, O.-E.

Mayer, J., siehe Hlucháň, E.

Mayer, W. Notiz zur Methoxylbestimmung methylierter Ellagsäure- und Hexaoxyddiphensäurederivate 345 [Or].

Mayoral, C. Spektralanalyse von Cu-Al-Zn-Legierungen 42.

Mayr, C., und Gebauer, A. Aluminiumbestimmung 143.

Meelheim, R. Y., und Roark, J. N. Feuchtigkeitsbestimmung durch Destillation mit Benzol 295.

Mehlich, A., und Monroe, R. J. Flammenphotometrische Kaliumbestimmung 47.

Meier, D. J., siehe Farrington, P. S.

Meijst, M., siehe van Arkel, C. G.

Meites, L. Polarographische Bestimmung von Fe in Nichteisenlegierungen 128.

Meldrum, W. B., Cadbury, W. E., und Lucasse, W. H. Sulfatbestimmung in Chromaten 429.

Mellon, E. F., siehe Naghski, J.

Mellon, M. G., siehe Kruse, J. M., Moss, M. L., sowie Patterson jr., G. D.

Meloche, V. W., siehe Fisher, S. A.

Melsted, S. W., siehe Cheng, K. L.

Merikanto, B., siehe Kinnunen, J.

Merz, K. W., und Schirm, M. Quantitative Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 308.

Metcalf, W., und Rousselot, L. M. Dextranbestimmung im Serum und Urin 239.

van Meter, R. A., Bailey, C. W., Smith, J. R., Moore, R. T., Allbright, C. S., Jacobson jr., I. A., Hylton, V. M., und Ball, J. S. Bestimmung von sauerstoff- und stickstoffhaltigen Verbindungen in Schieferöl 212.

Mettinen, T., siehe Leppänen, V.

ter Meulen, H. Stickstoffbestimmung in Erdöl 75.

Middleton, F. M., siehe Braus, H.

Miller, F. A., und Wilkins, Ch. H. Infrarotspektren anorganischer Substanzen 121.

Miller, H., und Kraemer, D. M. Anwendung des Benzidinreagenses in der Papierchromatographie 131.

Miller, J. M., und Kirchner, J. G. Verbesserung der Technik der Chromatographie in der Terpenchemie 200.

Miller, R. F., und Phillips, P. H. Fluorbestimmung im Harn 236.

Miller, V. L., Polley, D., und Gould, C. J. Colorimetrische Bestimmung von Phenyl- und Äthylquecksilberverbindungen in Schädlingsbekämpfungsmitteln 386. — Siehe auch Polley, D.

Millin, D. Schnellbestimmung von C und H in Kohlen 60.

Mills, E. C., und Hermon, S. E. Spektralanalyse von Aluminium- und Magnesiumlegierungen und reinem Magnesium 42.

Milner, O. J., Glass, J. R., Kirchner, J. P., und Yurick, A. N. Bestimmung von Metallspuren in rohem und fraktioniertem Erdöl 73.

Mink, Ch., siehe Hecht, E.

Mir, P., siehe Buscarons, F.

Mitchell jr., J., siehe Smith, D. M.

Mitchell, L. C. Trennung der Isomeren von Hexachlorcyclohexan 385.

Mitchell, L. C., und Patterson, W. J. Papierchromatographische Trennung von Aldrin und Dieldrin 385.

Mitchell, R., und Clark, B. B. Bestimmung der quaternären Ammoniumverbindungen 313.

Miyaki, K., und Momiyama, H. Papierchromatographische Bestimmung von Thiamin 137.

Mladenović, S., siehe Tutundžić, P. S.

Möhlau, E. Darstellung der Analysenwerte für Wasseruntersuchungen 282.

Moeller, Th., und Quinty, G. H. Volumetrische Bestimmung von Hypophosphat-Ionen 148.

Mörtzschky, J., siehe Pohloudek-Fabini, R.

Mohrhauer, P., siehe Radmacher, W.

Mojžíš, J. Polarographische Analysenmethode 439.

Molle, L. Farbreaktion des Antihistamins Benadryl 392.

Momiyama, H., siehe Miyaki, K.

Monnier, D., und Besso, Z. Indirekte polarographische Bestimmung von Kalium 124.

Monnier, G., siehe Aubry, J.

Monroe, R. J., siehe Mehlich, A.

Monti, L., und Franchi, G. Mercaptoverbindungen, volumetrische Bestimmung mit seleniger Säure 155.

Montreuil, J., siehe Boulanger, P.

Moor, H. Bestimmung von Vitamin A in Milch und Milchprodukten 217. — Bestimmung von Vitamin A in Lebens- und Futtermitteln 216.

Moore, R. T., siehe van Meter, R. A.

Moore, W. A., Kroner, R. C., und Ruchhoft, C. C. Sauerstoffverbrauch von Abwässern 287.

Moore, W. A., Ludzack, F. J., und Ruchhoft, C. C. Bestimmung des Sauerstoffverbrauchs von Abwässern 287. — Siehe auch Kroner, R. C.

Moosmüller, E., siehe Irion, W.

Mora-Lara, R. J., Morreale-de Castro, G., und Escobar-Del Rey, F. Colorimetrische Bestimmung von Natrium 227.

Morgan, G. H., siehe Broida, H. P.

Morgan, W. Th. J., siehe Alson, L. A.

Mori, K., siehe Aoki, S.

Morowitz, H. J., und Broida, H. P. Spektroskopische Wasserschnellbestimmung 65.

Morreale-de Castro, G., siehe Mora-Lara, R. J.

Morris, R. L. Colorimetrische Eisenbestimmung in Wasser 292.

Morris, R. T. Zerstäuber für chromatographische Zwecke 130.

Morsingh, F., siehe Huang, R. L.

Morvillo, V., und Garattini, S. Vergleich von Nachweis- und Bestimmungsmethoden von Isonicotinsäurehydrazid 307.

Moss, M. L., und Mellon, M. G. Eisenbestimmung mit 2,2′,2″-Tripyridyl 292.

Mottlau, A. Y., und Driesens jr., C. E. Schwefelbestimmung in Petroleumdestillaten mit Hilfe der Röntgenstrahlenabsorption 211.

Motzok, J., siehe Arthur, D.

Mould, D. L., und Synge, R. L. M. Chromatographische Trennung von Gemischen gleichartiger polymerer Verbindungen 199.

Mühlmann, R., siehe Henglein, A.

Müller, E. — Reuther, H. Elektrochemisches Praktikum 117 [L].

Mueller, W. A., siehe Smith, E. D.

Muers, M. M. Sauerstoffverbrauch von Abwässern 287.

McMullen, M. J. Nachweis von Borsäure in Holz 375.

Munier, R. Papierchromatographie der Stickstoffbasen 130.

van Munster, P. J. J. Bestimmung von Digitonin 394.

Murray, M. M., siehe Bond, A. M.

Murray, P. E., siehe Ingols, R. S.

Musil, A., und Pilz, W. Über die analytische Verwendung von Trithiokohlensäure. 8. Die Trennung des Zinks von Mangan, Eisen und den Erdalkalien 19 [Or].

Myers, G. B., siehe Zak, B.

Myers, J. L., und Fainer, P. Flasche zur Titration unter einem Schutzgas 204.

Naghski, J., Mellon, E. F., Korn, A. H., und Ogg, C. L. Wasserbestimmung in Rutin 399.

Naish, J. M., und Ramsden, W. Konstruktion eines photoelektrischen Adapters 41.

Nakamura, G. R. Colorimetrische Mikroschnellmethode zur Bestimmung von Phosphor in biologischem Material 233.

Nakanishi, S., siehe Hirase, S.

Nakao, A., siehe Swick, R. W.

Namoradse, S. G., und Swjaginzew, O. Je. Löslichkeit von $TaCl_5$ in CCl_4 26.

Nash jr., H., Hall, J. R., Allgood, H. Y., und Burnett, J. A. Fortlaufende Bestimmung von kleinen Methanmengen in Gasen 366.

Nash, T. Colorimetrische Mikrobestimmung von Formaldehyd 156.

Natelson, S., und Zuckerman, J. L. Goldbestimmung in biologischem Material 228.

Nauta, W. T., siehe Gootjes, J.

Negoro, H. Colorimetrische Bestimmung von PAS 389.

Neidig, B. A., und Hess, W. C. Gleichzeitige Bestimmung von Threonin und Serin 315.

O'Neill, W. R., siehe Gassmann, A. G.

Neufeld, O. E., Gravimetrische MAP-Bestimmung in PAS 390.

Neuhaus, K., siehe Zeumer, H.

Neukam, H., siehe Vogel, E.

McNevin, W. M., Baker, B. B., und McIver, R. D. Indirekte coulometrische Bestimmung von Chlorid und Bromid nebeneinander 451.

Nichol, W. E. Colorimetrische Spurenbestimmung von Kobalt in biologischem Material und Boden 300.

Nicholas, D. J. D. Verwendung von Pilzkulturen zur Bestimmung von Metallspuren in biologischem Material 226.

Nielsch, W., und Böltz, G. Eine neue photometrische Eisenbestimmung 247 [Or]. — Zur photometrischen Kupferbestimmung als Sulfat 321 [Or].

Nielsen, E., und Praetorius, E. Nebeneinanderbestimmung von PAS und APAS durch Messung der UV-Absorption 389.

Njegovan, N. V., siehe Šušić, S. K.

Noar, J., siehe Ham, A. J.

Noda, M., siehe Inouye, Y.

Noggle, G. R., und Zill, L. P. Quantithtive Analyse von Zuckern in Pflanzenextrakten durch Ionenaustauschchromatographie 49.

Noll, C. A., und Betz, L. D. Colorimetrische Kupferbestimmung in Wasser 283.

Norishima, K., siehe Oda, N.

Norman, A. G., und Jenkins, S. H. Cellulosebestimmung 78.

Norris, C. J., siehe Gregory, R. L.

Northrop, J. H. Potentiometrische Chlorbestimmung im Harn 237.

Norymberski, J. K. Bestimmung der Harncorticosteroide 317.

Novák, J. V. A. Polarographische Bestimmung von Jod, Jodid und Hypojodit 438.

Novák, J. V. A., Kůta, J., und Říha, J. Polarographische Bestimmung von Fe und Mn 128.

Noverraz, M. Elektrophoretische Serumproteinanalyse 464.

Oberholzer, V. G., siehe Davies, G.

Oda, N., Kubo, M., und Norishima, K. Gleichzeitige Bestimmung von C, H und S in organischen Substanzen 60.

Oesper, R. E., Dunleavy, R. A., und Klingenberg, J. J. Bestimmung kleiner Mengen Zirkonium 146.

Oesper, R. E., und Klingenberg, J. J. Bestimmung von Zirkonium in Stahl 72.

Ogg, C. L., siehe Naghski, J.

Okáč, A., und Černý, P. Chromatographischer Nachweis von Cadmium 67.

Okano, S., siehe Ishidate, M.

Olatta, J. P., und Pitha, J. J. Identifizierung von Di- und Triaminoguanidinsalzen mit Hilfe der Debye-Scherrer-Diagramme 156.

McOmie, J. F. W., siehe Pollard, F. H.

Opl, B., siehe Leitenberger, L.

Ortega-Mata, M. Polarographische Bestimmung von Ascorbinsäure in pharmazeutischen Präparaten 443.

van Os, G. A. J. Quantitative photometrische Auswertung von Eiweiß-Pherogrammen 139.

Osborn, G. H. Bibliographie der analytischen Anwendungen von Ionenaustauscherharzen 48.

Osol, A., siehe Kleckner, L. J.

Otting, W. Schwierigkeiten bei der Benutzung der Originalapparatur von van Slyke 153. — Borsäurebestimmung in pflanzlichen und tierischen Produkten 320. — Destillation von Borsäure als Methylester 405. — Colorimetrische Bestimmung von Bor mit Antrimid 407.

Otvosk, J. W., siehe Keilin, B.

Ozawa, H., und Kiyomoto, A. Colorimetrische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid in Blut und in Blutpräparaten 309.

Ozawa, T., siehe Iwasaki, I.

Pagliassotti, J. P., und Porsche, F. W. Spektrographische Bestimmung von Metallen in Schmiermaterialien 44.

Pajari, K., und Takala, E. Rohfaserbestimmung 349.

Palisca, A., siehe Berta, R.

Pallaud, R. Qualitative organische Analyse 152.

Pamm, J., siehe Tribalat, S.

Pankratz, R. E., siehe Bandelin, F. J.

Papucci, R. A., siehe Klingenberg, J. J.

Parke, T. V., siehe Ribley, A. M.

Parks, T. D., siehe Laitinen, H. A.

Patterson jr., G. D., und Mellon, M. G. Bestimmung von Schwefeldioxyd in der Luft 62.

Patterson, L. J., siehe Lieber, E.

Patterson, W. J., siehe Mitchell, L. C., sowie Ramsey, L. L.

Paul, H. E., siehe Ells, V. R.

Pearson, S., siehe Drekter, I. J.

Peronnet, M., und Rocques, S. Mikrobestimmung von Bromiden 150.

Perry, M. A., siehe Thomason, P. F.

Peters, E. D., siehe Agazzi, E. J., sowie Weiss, F. T.

Peters, H. J. Flammenphotometrische Na- und K-Bestimmung im Serum 48.

Petzold, W., siehe Wolf, H.

Pfyl und Schmitt. Titrimetrische Nicotinbestimmung 399.

Phillips, J. P., siehe Fernando, Qu.

Phillips, P. H., siehe Miller, R. F.

Phillips, W. F. Empfindliche colorimetrische Bestimmung von Hexachlorcyclohexan 381.

Pickering, W. F. Papierchromatographie von Silber, Blei, Quecksilber, Cadmium, Wismut, Zink, Kobalt und Nickel 454.

Pietruck, Ch., siehe Schäfer, H.

Pietzka, G., und Ehrlich, P. Fluorbestimmung durch Destillation als H_2SiF_6 149.

Pifer, C. W., siehe Schmall, M.

Pilz, W., siehe Musil, A.

van Pinxteren, J. A. C. Bestimmung von organischen Bromverbindungen in Getränken 206.

Pitha, J. J., siehe Olatta, J. P.

Pleticha, R. Polarographische Bestimmung von Vitamin B_1 442.

Pohl, F. A. Methoden zur spektrochemischen Spurenanalyse. III. Zur Spurenanalyse von Gesteinen und Bodenproben 82 [Or].

Pohloudek-Fabini, R., Engst, R., und Mörtzschky, J. Colorimetrische Fluoridbestimmung in Wasser 289.

Pons jr., W. A., und Guthrie, J. D. Colorimetrische Phosphorsäurebestimmung 210.

Pons jr., W. A., Stansbury, M. F., und Hoffpauir, C. L. Bestimmung von Phosphorsäure in Baumwollsaat 210.

Poletaev, M. J., siehe Bychovskaja, M. S.

Poležaev, N. G., Girina, V. V., und Laktionova, T. G. Quecksilberbestimmung in Luft und Harn 231.

Pollak, J., siehe Herzig, J.

Pollard, F. H., McOmie, J. F. W., und Elbeih, I. I. M. Papierchromatographische Bestimmung von Vanadium neben viel Titan 455.

Pollard, F. H., McOmie, J. F. W., Stevens, H. M., und Maddock, J. G. Papierchromatographische Bestimmung von Mo in Stahl und von Cu und Fe in Messing 456.

Polley, D., und Miller, V. L. Nebeneinanderbestimmung von Phenyl- und Äthylquecksilberverbindungen 387. — Siehe auch Miller, V. L.

Porcellati, G., siehe Kemali, D.

Porsche, F. W., siehe Pagliassotti, J. P.

Porstmann, W., siehe DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse 119 [L].

Porter, W. L., Brice, B. A., Copley, M. J., und Couch, F. J. Geräte zur Wasserbestimmung 399.

Portnoy, I. L., siehe Sussman, S.

Poulos, A. Titration von Theobromin in Eisessig 203.

Praetorius, E., siehe Nielsen, E.

Pratt, E. L., und Corbitt, H. B. Colorimetrische Bestimmung von Desoxycholsäure in Gegenwart von anderen Gallensäuren 317.

Pregl, F., und Roth, H. Schwefelbestimmung 419.

Preuss, E. Reinigung von Elektroden aus Spektralkohle 41.

Přibil, R., und Roubal, Z. Polarographische Bestimmung von Ca in biologischem Material mit Hilfe von Komplexon 125. — Polarographische Bestimmung von Zink in Insulin 443.

Přibil, R., und Vicenová, E. Polarographische Bestimmung von Metallen mit Hilfe der Komplexonate 124. — Polarographische und amperometrische Bestimmung von Ca 125.

Pring, J. N., und Westrip, G. M. Potentiometrische Ozonbestimmung in der Luft 62.

Prior, A. P., und Whitehead, T. P. Papierchromatographie von Aminosäuren im Liquor cerebrospinalis 461.

Pritzker, J., und Jungkunz, R. Perforationsapparat zur Extraktion von wäßrigen Lösungen 370.

Procházka, Ž., siehe Zuman, P.

Procter, D. P., siehe Trevelyan, W. E.

Proctor, K. A., siehe Brealey, L.

Proom, H., und Woiwod, A. J. Papierchromatographische Studien des Bakterienstoffwechsels 133.

Pungor, E., siehe Schulek, E.

Puranen, U. H., und Tomula, E. S. Rohfaserbestimmung 349.

Purushottam, A., und Raghava Rao, Bh. S. V. Phenylessigsäure, ein neues Reagens auf Thorium 97 [Or].

Quentin, K.-E. Papierchromatographische Isolierung und colorimetrische Bestimmung von Bor in Mineralwasser 452. — Siehe auch Souci, S. W.

Quigley, J. J. Gesamtbilirubinbestimmung im Serum 319.

Quill, L. L., und Salutsky, M. L. Trennung des Praseodyms von Lanthan aus homogener Lösung 144.

Quinty, G. H., siehe Moeller, Th.

Radan, G. B., siehe Rosin, J.

Radhakrishnan, A. N., siehe Giri, K. V.

Radmacher, W., und Mohrhauer, P. Gesamtschwefelbestimmung durch reduktiven Aufschluß 419 [Or].

Radomski, J. L., und Davidow, B. Bestimmung des Insecticides Heptachlor als Epoxydes 384.

Raff, P., und Brotz, W. Kaliumbestimmung mit Kalignost 302.

Raghava Rao, Bh. S. V., siehe Purushottam, A., sowie Srirama Murty, P.

Rahm, J. A. Volumetrische Titanbestimmung mit Eisen(III)-chlorid 146.

Ramsay, W. N. M. Bestimmung von Eisen im Blut, Plasma und Serum 239.

Ramsden, W., siehe Naish, J. M.

Ramsey, L. L., und Patterson, W. J. Bestimmung von Dichlorbernsteinsäuredimethylester 379.

Rand, M. C., und Heukelekian, H. Polarographische Bestimmung von Sauerstoff 123. — Polarographische Bestimmung des Nitratgehaltes in destilliertem Wasser, Leitungswasser oder Abwasser 438.

Randles, J. E. B. Kathodenstrahlenpolarograph 433. — Bestimmung der Verunreinigungen von Calcium durch oscillographisches Polarogramm 440.

Rangnick, G. F., siehe Gemeinhardt, K.

Rao, N. A. N., siehe Giri, K. V.

Rasmussen, H. B. Fällung des Nicotins durch Kieselwolframsäure 399.

Raulf, E., siehe Glemser, O.

Reddy, W. J., Jenkins, D., und Thorn, G. W. Getrennte Bestimmung von freien und gebundenen 17-Oxycorticosteroiden im Harn 318.

Reed, S. A., Byrd, C. N., und Banks, C. V. Natrium-1-(o-arsonophenylazo-)2-naphthol-3,6-disulfonat, Herstellung 285.

Rees, M. W. Gleichzeitige Bestimmung von Threonin und Serin 315.

Reichard, O., und Gspahn, H. Neue Wege zur Bestimmung von Glycerin in Wein und weinähnlichen Erzeugnissen 252 [Or].

Reilley, C. N., Cooke, W. D., und Furman, N. H. Indicatorplatinelektroden 450, 451.

Reindel, F., und Hoppe, W. Verknüpfung der Zirkularmethode und Streifenmethode in der Papierchromatographie 134.

Reiner, G. M. Sintesi ed Applicazioni dei Reagenti organici nell'analisi chimica III 197 [L].

Reissmann, K. R., siehe Craven, Ch. W.

Renard, J. Nachweis und Bestimmung von Cetyltrimethylammoniumbromid 387.

Rentz, J., siehe Jindra, A.

Resch, E., siehe Kainz, G.

Reuter, F. H., siehe Anderson, J. R.

Reuther, H., siehe Müller, E.

Reynolds, G. F., und Davis, H. M. Kathodenstrahlpolarograph 433.

Reynolds, G. F., Shalgosky, H. I., und Webber, T. J. Polarographische Bestimmung von Verunreinigungen in metallischem Calcium 440. — Siehe auch Bryant, F. J.

Reynolds, J. G., siehe Ham, A. J.

Ribley, A. M., Kennedy, E. E., Hilty, W. W., und Parke, T. V. Schnellbestimmung von Natriumpropyl-methylcarbinallylbarbiturat und Natrium-isoamyläthylbarbiturat 304.

Rickards, J. C., siehe Boxer, G. E.

Riddick, J. A., siehe Toops jr., E. E.

Riffart, W., siehe Decker, P.

Říha, J., siehe Novák, J. V. A.

Ringer, A. Nachweis von Lobelin in Drogen 310.

Riva, G., und Martini, V. Elektrophoretische Serumuntersuchung 140.

Roark, J. N., siehe Meelheim, R. Y.

Roberts, F. M., und Levin, H. Bestimmung von Feuchtigkeit in Ölen und Schmiermitteln 295.

Robinson, D. Z. Infrarotspektroskopie, Analyse von Zweistoffgemischen 119.

Robinson, R. J., siehe Chow, D. T.-Wh., sowie Hansen, A. L.

Rocques, S., siehe Peronnet, M.

Rogers, L. N., siehe Smith, E. D.

Roos, W., siehe Thaler, H.

Rosenthal, H. L., und Sarett, H. P. Bestimmung der Vitamin B_{12}-Aktivität im menschlichen Serum 221.

Rosetta, M. S. Spektrochemische Bestimmung von Si in Gußeisen 43.

Rosin, J., und Radan, G. B. Chromatographische Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan im Isomerengemisch 382.

Rossi, C., und Intoni, R., Spektrographische Analyse niedrig legierter Stähle 43.

Roth, H., und Beck, W. Die Bestimmung des Bors in borhaltigen Mineraldüngern mit der Estermethode 404 [Or]. — Bestimmung des Bors in Pflanzen und Böden mit der Estermethode 414 [Or]. — Siehe auch Pregl. F.

Roubal, Z., siehe Přibil, R.

Rousselot, L. M., siehe Metcalf, W.

Rubinstein, K., siehe Kjaer, A.

Ruchhoft, C. C., siehe Braus, H., sowie Moore, W. A.

Rudkin, jr., G. O., und Taylor R. J. Spektrophotometrische Bestimmung von Vitamin B_{12} 221.

Rüdorff, W., und Zannier, H. Titrimetrische Kaliumbestimmung mit Kalignost. 302

Rulfs, Ch. L., und Mackela, A. A. Amperometrische Bestimmung von organisch gebundenem Schwefel 448.

Ruosteenoja, R., siehe Ketomaa, A.

Sack, W. Analyse von Schwefelnatrium 190.

Safford, H. W., siehe Stragand, G. L.

Sakaguchi, T., siehe Ishidate, M.

Salomon, G. Identifizierung und Bestimmung polymerer organischer Halogenide 160.

Salutsky, M. L., siehe Quill, L. L.

Sánchez, J. A. Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 308.

Sandell, E. B., siehe Henrickson, R. B., sowie Hummel, R. A.

Sanderson, P. H. Chlorbestimmung in biologischen Flüssigkeiten 236.

Sands, J. D., und Turner, G. S. Vorbereitung fester Proben für die Infrarotspektralanalyse 120.

Sansoni, B. Anfärbung von Phosphaten und Metaphosphaten auf Filtrierpapier 464.

Sansoni, B., und Klement, R. Papierelektrophoretische Trennung von Phosphaten 463.

Sanz, M. Colorimetrische Bestimmung von MAP neben PAS 390.

Sapsin, S., siehe Sobel, H.

Sarett, H. P., siehe Rosenthal, H. L.

Sauer, E. Kolloidchemisches Praktikum 199 [L].

Savacool, R. V., und Ullyot, G. E. Apparatur zur quantitativen Hydrierung 59.

Savickaja, E. M., und Kareeva, V. D. Quantitative Bestimmung von Streptomycin 400.

Sawicki, E. Colorimetrische Untersuchung von Fluorenderivaten 159.

Sawyer, C. N., siehe Busch, A. W.

Saylor, J. H., siehe Castor, C. R.

Schäfer, H. Titrimetrische Bestimmung von Borsäure durch Komplexbildung 409.

Schäfer, H., Bayer, L., und Pietruck, Ch. Löslichkeit von $NbCl_5$ und $TaCl_5$ in Tetrachlorkohlenstoff 26.

Schäfer, H., Pietruck, Ch., und Grözinger, U. Die halbquantitative Wolframbestimmung in Niob-Tantal-Präparaten und die Abtrennung des Wolframs von Niob und Tantal. Beiträge zur Chemie der Elemente Niob und Tantal XI 24 [Or].

Schechter, M. S., und Hornstein, I. Colorimetrische Bestimmung von Hexachlorcyclohexan 206, 381.

Schechter, M. S., Soloway, S. B., Hayes, R. A., und Haller, H. L. Colorimetrische Bestimmung von DDT 207.

Schellhorn, H., siehe Herrmann, R.

Schindler, H. Identitätsreaktionen und Gehaltsbestimmungen von Coffea-Urtinktur 307.

Schirm, M., siehe Merz, K. W.

Schmall, M., Pifer, C. W., und Wollish, E. G. Extraktionsapparate zur Bestimmung organischer Basen und Säuren 369.

Schmid, G., siehe Hoppe-Seyler/Thierfelder 215 [L].

Schmidt, L., siehe Hübener, J.

Schmitt, siehe Pfyl.

Schneider, A., und Beisken, H. Konduktometrische Bestimmung kleiner Bleimengen 326 [Or].

Schneidewind, R., siehe Willard, H. H.

Schoeller, W. R., und Jahn, C. Trennungsmethoden des Tantals und Niobs von Wolfram 27.

Scholz, E., und Hagedorn, P. Papierelektrophoretische Untersuchungen an Arzneimittelgemischen und Urtinkturen 138.

Schoorl, N. Zuckerbestimmung nach dem Kupferverfahren 337. — Ninhydrinreaktion 459.

Schrader, G., siehe Henglein, A.

Schubert, A., siehe Faschalek, J.

Schütz, F. Nachweis von Acrolein 254.

Schuhmann, R. Herstellung von reinstem Antimon 50.

Schulek, E., und Pungor, E. Adsorption von p-Äthoxychrysoidin an Silberjodidteilchen 56. — Verhalten von freien Halogenen in wäßriger Lösung 141.

Schulek, E., und Villecz, P. V. Bestimmung von Arsen in organischen Stickstoffverbindungen 61.

Schultz, O.-E., und Goerner, H. Alkaloidbestimmung durch Kalignost 302.

Schultz, O. E., und Mayer, G. Gravimetrische Bestimmung stickstoffhaltiger Arzneimittel durch Kalignost 302.

Schwarzenbach, G. Bildung von Chelatkomplexen als Grundlage von Titrationsverfahren 51.

Scism, G. R., siehe Drekter, I. J.

Seagers, W. J. Polarographische Bestimmung von Riboflavin 442.

Sealock, R. R., siehe Sumerwell, W. N.

Šebor, G., siehe Šimek, B. G.

Šedivec, V., und Vašák, V. Indirekte colorimetrische Bestimmung von Blei, Wismut und Thallium 145.

Seguin, L., siehe Domange, L.

Selke, K. Biologische Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan in Mischung mit DDT 383.

Šerák, L., siehe Tockstein, A.

Serebrennikova, A. G. Quantitative Bestimmung von Furfurylidenaceton 213.

Shalgosky, H. I., siehe Reynolds, G. F.

Shaw, E. Zinknachweis mit Dithizon in Pflanzengewebe 298.

Shaw, E., und Dean, L. A. Zinkbestimmung in Böden 298.

Shaw, J. A. Sauerstofffreimachen einer Lösung mit Chrom(II)-sulfat 450.

Shead, A. C. Calciummalathexahydrat als vielseitig verwendbare Urtitersubstanz 55.

Shepherd, M. Reinigung von Silicagel als Adsorbens 63.

Sheppard, N. Fortschritte und analytische Anwendung der Infrarotspektroskopie 119.

Sheltar, M. R. Bestimmung der Kohlenhydrate im Serumeiweiß 239.

Shibata, Sh., und Kasahara, A. Fluorimetrischer Nachweis von Flavonen 304.

Shirk, H. G., und Greathouse, G. A. Infrarotspektrometrie zur Untersuchung von Bakteriencellulose 122.

Shorr, E., siehe Taussky, H. H.

Shreve, O. D. Anwendung der Infrarot-, Ultraviolett- und Ramanspektroskopie 123.

Siebert, G., siehe Hoppe-Seyler/Thierfelder 215 [L].

Sierp, F. Die gewerblichen und industriellen Abwässer, Entstehung, Schädlichkeit, Verwertung, Reinigung und Beseitigung 371 [L].

Šilhanová, V. Nachweis der Begleitmetalle in Silberlegierungen 66.

Šimek, B. G., Majer, F., und Šebor, G. Polarographische Bestimmung von Phthalsäure in Benzoesäure 129.

Simon, R. H. M. Colorimetrische p_H-Messung stark alkalischer Lösungen 50.

Simon, S. Abtrennung von Spartein von anderen Alkaloiden 311.

Simon-Dorlet. Analytik synthetischer Curarepräparate 311.

Simpson, H. R., siehe Young, R. S.

Skraba, W. J., siehe Jones, A. R.

van Slyke, D. D., und Hiller, A. Bestimmung von Chlor 237.

Smales, A. A., und Airey, L. Amperometrische Titration von Thorium 444.

Smit, G. B. Bestimmung kleiner Chloridmengen in Kondenswasser 290.

Smit, J. A. Aufbau von Flammenphotometern 45. — Zerlegung und Intensitätsmessung von Strahlungen in der Flammenphotometrie 45.

Smith, D. M., Mitchell jr., J., und Billmeyer, A. M. Verwendung von Fläschchen mit besonderem Verschluß 204.

Smith, E. D., Mueller, W. A., und Rogers, L. N. Chromatographische Trennung von Essigsäure, Mono- und Dichloressigsäure 200.

Smith, J. R., siehe van Meter, R. A.

Smith, P. A., siehe Wadman, S. K.

Smith, R. J. Bestimmung von Milchsäure in konzentriertem Getreideweichwasser 315. — Siehe auch Wilson, L. D.

Snell und Strong. Nährboden zur mikrobiologischen Bestimmung von Riboflavin in Milch 220.

Sobcov, H. Massenspektrometrische Bestimmung von n- und Iso-Paraffinen in Kohlenwasserstoffgemischen 362.

Sobel, H., und Sapsin, S. Bestimmung von eiweißgebundenem Jod im Serum 237.

Šolaja, B. Abtrennung der dreiwertigen von den zweiwertigen Metallen 203.

Soloway, S., und Lipschitz, A. Farbreaktion auf Amide und Nitrile 154.

Soloway, S. B., siehe Schechter, M. S.

Sommereyns, Gh., siehe Lacourt, A.

Soos, E., siehe Fuchs, L.

Souci, S. W., und Quentin, K.-E. Beiträge zur Untersuchung des Torfes im Hinblick auf seine balneo-therapeutische Verwendung 1 [Or].

Spadinger, E., siehe Birdsall, C. M.

Specht, F. Quantitative anorganische Analyse in der Technik, Untersuchungsmethoden für eine Auswahl anorganisch-technischer Produkte 208 [L].

Specker, H., Kuchtner, M., und Hartkamp, H. Die quantitative Trennung anorganischer Ionen durch Ionenaustausch an Alginsäure 33 [Or].

Sprain, W., und Banks, Ch. V. Bestimmung von Mikromengen Eisen und Aluminium in metallischem Calcium 68.

Spryskov, A. A., und Karavaev, B. J. Quantitative Bestimmung von 1,5- und 2,7-Naphthalindisulfosäuren und 2,6- und 2,7-Disulfosäuren 159.

Sreenivasamurthy, V., Laxminarayana, H., und Iya, K. K. Mikrobiologische Methode zur Schnellbestimmung von Riboflavin in Milch 220.

Srirama Murthy, P., und Ragava Rao, Bh. S. V. Die analytische Chemie des Zirkoniums 93 [Or].

Stacey, M., siehe Bayly, R. J.

Stach, D., siehe Hungerland, H.

von Stackelberg, M., siehe Leybold polarographische Berichte (Hans-Bergmeyer) [L].

Staikoff. Nicotinbestimmung als Nicotindipikrat 398.

Stainier, C. Analyse von Antipyretica- und Antineuralgicagemischen 395.

Stansbury, M. F., siehe Pons jr., W. A.

Stansby, M. E., siehe Kolthoff, I. M.

Stark jr., S. M. Colorimetrische Pektinbestimmung mit Carbazol 213.

Staub, M., und Furrer, H. Nicotinbestimmung in Tabak 398.

Stein von Kamienski, E., siehe Steiner, M.

Steinbergs, A. Bestimmung von Schwefel in Pflanzenmaterial 299.

Steiner, M., und Stein v. Kamienski, E. Papierchromatographischer Nachweis von primären, sekundären und tertiären Aminen in Pflanzen 458.

Stempel, B. Alkalimetrische Bestimmung von Jod 100 [Or]. — Argentometrische Bestimmung von Jod (Makro- und Mikrobestimmung) 101 [Or].

Stenger, V. A., siehe Wengert, G. B.

Stern, S., siehe Drekter, I. J.

Stevens, H. M., siehe Pollard, F. H.

Stevens, J. A. Natrium-Alizarinsulfonat, Indicator bei der Fluoridbestimmung in Wasser 288.

Stich, C. Bestimmung der Alkalität von Arzneigläsern und Ampullen 387.

Stickler, W. C. Arsenbestimmung in organischen Stickstoffverbindungen 61.

Stiegler, H. Glaswollefilter zur Rohfaserbestimmung 351.

Stifer, E. D., siehe Bandelin, F. J.

Stine, C. R., siehe Gordon, L.

Stock, F. G., siehe Bagnall, H. H.

Stockfisch, K., und Benade, W. Untersuchung von Badetorf 10.

Stohmann, F., siehe Henneberg, W.

Stone, K. G., siehe McCullough, R. L.

Stooff, H., siehe Haase, L. W.

Strachan, K. G., siehe Young, R. S.

Stragand, G. L., und Safford, H. W. Schwefelbestimmung in organischen Substanzen 61.

Straughn, W. R., Travis, I. G., und Hiatt, E. P. Colorimetrische Nitratbestimmung in Körperflüssigkeiten 232.

Streng, A. G., siehe Kirshenbaum, A. D.

Strengers, T., und Klinkenbergh, E. A. M. Schwierigkeiten bei flammonphotometrischen Bestimmungen 45.

Stringer, J. E. C. Bestimmung von Wasserspuren in Öl 296.

Strong, siehe Snell.

Stübner, K. Fluorescenzoptischer Nachweis von HCH und DDT 382.

Stumm, W., siehe Zehender, F.

Stumpf, K. E. Zur Bestimmung von Natriumcarbonat in Schwefelnatrium 190 [Or].

Suderman, H. J., und Delory, G. E. Schnellbestimmung von Natrium im Serum 226.

Sullivan, W. N., siehe Hornstein, I.

Sumerwell, W. N., und Sealock, R. R. Bestimmung der gebundenen Ascorbinsäure im Lebergewebe 223.

Šušić, S. K., und Njegovan, N. V. Abtrennung der dreiwertigen von den zweiwertigen Metallen 203.

Sussman, S., und Portnoy, I. L. Bestimmung von Schwermetallen und Kieselsäure in chromatbehandeltem Kühlwasser 282. — Von Sulfit im Kesselwasser 288.

Swain, T. Papierchromatographische Identifizierung natürlich vorkommender Cumarine und verwandter Zimtsäurederivate 463.

Sweetser, Ph. B., und Bricker, C. E. Titrationen mit Bromat-Bromidlösungen 55.

Swick, R. W., Buchanan, D. L., und Nakao, A. Carbonatfreies Absorptionsmittel für Kohlendioxyd 366.

Swift, E. H., siehe Buck, R. P., sowie Farrington, P. S.

Swjaginzew, O. Je., siehe Namoradse, S. G.

Symon, T., siehe Thompson, R. B.

Synge, R. L. M., siehe Mould, D. L.

Szalkowski, C. R., und Mader, W. J. Colorimetrische Bestimmung von Desoxycholsäure 316.

Tabata, T., siehe Yamaguchi, K.

Tabenkin, siehe Cooperman, J. M.

Tajima, Y. A., siehe Garhart, M. D.

Takala, E., siehe Pajari, K.

Takeyama, Sh., siehe Gotô, H.

Talvitie, N. A. Natrium-Alizarinsulfonat, Indicator bei der Fluoridbestimmung in Wasser 288.

Taussky, H. H., Shorr, E., und Kurzmann, G. Bestimmung von anorganischem Phosphat in biologischem Material 233.

Taylor, A. E., und Dillon, R. T. Spektrophotometrische Bestimmung von Thorium in Wasser 284.

Taylor, R. J., siehe Rudkin jr., G. O.

Teeri, A. E. Colorimetrische Bestimmung von Nicotinsäure 396.

Terai, I., siehe Aoki, S.

Terentjew, A. P., Vinogradowa, E. V., und Halpern, G. D. Dienzahlermittlung 79.

Testerman, M. K., siehe Komarmy, J. M.

Tewari, S. N. Analyse von anorganischen Verbindungen durch Papierchromatographie. II. Trennung und Nachweis von Quecksilber, Silber und Blei 401 [Or]. — Papierchromatographische Trennung von Cu, Ni und Co 401.

Thaler, H., und Roos, W. Bestimmung von Glycerin in Wein mit Perjodat 253.

Thatcher, L. L., siehe Love, S. K.

Thierfelder, siehe Hoppe-Seyler.

Thilo, E., siehe Einführung in die Kristallchemie (Evans) [L].

Thinius, K. Anleitung zur Analyse der Lösungsmittel 209 [L].

Thomason, P. F., Perry, M. A., und Byerly, W. M. Spektrophotometrische Mikrobestimmung von Thorium 284.

Thompson, R., siehe Addison, C. C.

Thompson, R. B., Symon, T., und Wankat, Ch. Bestimmung des Pyrrol-Stickstoffs in Erdöldestillaten 77.

Thompson, T. G., siehe Chow, T. J.

Thorn, G. W., siehe Reddy, W. J.

Tiews, J. Bestimmung von Vitamin D 224. — Siehe auch Brüggemann, J.

Tieselius, A. Elektrophoretische Serumuntersuchungen 140. — Siehe auch Cremer, H. D., sowie Kunkel, H. G.

Tockstein, A., und Šerák, L. Polarographische Bestimmung von Sulfat und Barium mit Hilfe von Komplexon 127.

Tolberg, W. E., und Boyd, H. M. Einrichtung zur automatischen Änderung der Spaltbreite am Beckman-Infrarotspektrophotometer 120.

Tomula, E. S., siehe Puranen, U. H.

Toops jr., E. E., und Riddick, J. A. Kryoskopische Bestimmung des γ-Hexachlorcyclohexans in Lindan 382.

Tracey, M. V. Bestimmung von Glucosamin 240.

Travis, I. G., siehe Straughn, W. R.

Treadwell, W. D., siehe Dorta-Schaeppi, Y.

Treiber, E., und Koren, H. Papierchromatographische Auswertung farbloser, UV-Licht kräftig absorbierender Verbindungen 452.

Trevelyan, W. E., Procter, D. P., und Harrison, T. S. Silbernitratreagens zur Erkennung von Cumarinen und Zimtsäurederivaten in der Papierchromatographie 463.

Tribalat, S. Rheniumbestimmung 151.

Tribalat, S., Pamm, J., und Jungfleisch, M. L. Colorimetrische Bestimmung von Rhenium in Naturstoffen 151.

Trinder, P. Schnellbestimmung von Na in biologischen Flüssigkeiten 227.

Tsao, M. U. Colorimetrische Bestimmung des Serum-Calciums 229.

Tsuchiya, H. M., siehe Johnson, P. W.

Turner, G. S., siehe Sands, J. D.

Turpin, G., siehe Aubry, J.

Tutundžić, P. S. Zusammenstellung bisher angewendeter coulometrischer Titrationen 448.

Tutundžić, P. S., und Mladenović, S. Coulometrische Bestimmung von Thiosulfat 449.

Tuzson, J., siehe Vastagh, G.

Uedo, T., siehe Konno, K.

Ullyot, G. E., siehe Savacool, R. V.

Umberger, C. J., und Adams, G. Identifizierung von Barbituraten 303.

Underdown, R. E., siehe Jones, G. B.

Urner, R. S., siehe Gordon, B. E.

Utsumi, S., siehe Iwasaki, I.

Vaeck, S. V. Quantitative chromatographische Nickelbestimmung 455.

Vaidyanathan, C. S., siehe Giri, K. V.

Vanderwerf, C. A., siehe Fuchs, R.

Vanselow, C. H., siehe Gordon, L.

Varela, G. Polarographisches Verhalten des Isonicotinsäurehydrazids 444.

Vašák, V., siehe Šedivec, V.

Vastagh, G., und Tuzson, J. Bestimmung der herzwirksamen Substanzen der Digitalisdroge 393.

Veibel, St., Eggersen, K., und Linholt, S. C. Potentiometrische Titration von substituierten Pyrazolen mit Überchlorsäure in Eisessig 203.

Venturello, G., und Ghe, A. M. Qualitative und quantitative papierchromatographische Bestimmung von Metallen 131. — Papierchromatographische Analyse von Al-Legierungen 132.

Vermaas, N., siehe Boeseken, J.

Vermeil, C. Spektrophotometrische Mikrobestimmung von Phosphit 148.

Vicenová, E., siehe Přibil, R.

Vidic, E. Nachweis und Bestimmung stark wirkender Analgetica 306.

Vignau, M., und Debodard, M. Vergleichssubstanzen für die spektrophotometrische Bestimmung von Vitamin A 216.

Villecz, P. V., siehe Schulek, E.

Vinogradowa, E. V., siehe Terentjew, A. P.

Vogel, E., und Neukam, H. Bestimmung von Vitamin D_3 in Vollmilch 224.

Vogg, G., siehe Marquard, P.

Vondráček, M., siehe Doskočil, J.

Vonesch, E. E., und Guagnini, O. A. Bestimmung der Lokalanästhetica 303. — Nachweis von Khellin 399.

Wachsmuth, H. Bestimmung von Alkaloiden in organischen Lösungsmitteln 398.

Wadman, S. K., und Smith, P. A. Anwendung der zirkulären und zweidimensionalen Papierchromatographie zur Trennung und Identifizierung der Aminosäuren im Urin 460.

Wagner, H., siehe Decker, P.

Wagner, K. H. Untersuchung der Carr-Price-Reaktion bei verschiedenen Reagensvolumina 171. — Chromatographische Bestimmung von Vitamin A und Carotin in Milch und Fettprodukten 217.

Walker, R. C., siehe Wengert, G. B.

Wall, M. E., Eddy, C. R., McClennan, M. L., und Klumpp, M. E. Nachweis und Bestimmung steroider Saponine in Pflanzenextrakten 304.

Walraven, J. J., siehe Karsten, P.

Wankat, Ch., siehe Thompson, R. B.

Ward, F. L., siehe Lederer, M.

Ware, P. A., siehe Cronheim, G.

Washburn, W. H. Bestimmung kleiner Mengen von Alkaloiden 310.

Watanabe, A., und Kamada, M. Colorimetrische Bestimmung von MAP in PAS 390.

Waters, C. R., siehe Fuchs, R.

Watkins, J. M., und Gemmill, C. L. Infrarot-Gasanalysator zur Bestimmung von Kohlendioxyd 121.

Wear, G. E. C., siehe Holowchak, J.

Webber, L. A., und Burks, C. F. Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in Kühlwasser oder Dampfkondensaten der Butadienfabrikation 64.

Webber, T. J., siehe Reynolds, G. F.

Weber, H., siehe Hungerland, H.

Weber, R. P., siehe Gordon, S. A.

Wedgwood, Ph., und Cooper, R. L. Chromatographische Bestimmung mehrkerniger Kohlenwasserstoffe in Industrieabwasser 293.

Wegner, E. Photometrische Bestimmung der herzwirksamen Glucoside 393.

Wehrli, W., siehe Karrer, P.

Weiss, F. T., und Peters, E. D. Verbesserter Permanganat-Zeit-Test zur Äthylalkohol-Qualitätskontrolle 212.

Weisz, H. Mikroapparatur zur Behandlung kleiner Flüssigkeitsmengen 368.

Wellington, E. F. Papierchromatographischer Nachweis des Einflusses der Luftfeuchtigkeit auf die Ninhydrinreaktion der Aminosäuren 458.

Wells, J. E., und Hunter, D. P. Extraktion von Eisen mit Amylacetat vor der polarographischen Cu- und Zn-Bestimmung 441.

Wendland, G. Bestimmung von Vitamin C 222.

Wengert, G. B. Zirkonbestimmung in Magnesiumlegierungen 67.

Wengert, G. B., Walker, R. C., Loucks, M. F., und Stenger, V. A. Gravimetrische Bestimmung von Thorium und seltenen Erden in Mg-Legierungen 67.

Werner, A. E. A. Volumetrische Bestimmung von Mercaptoverbindungen mit seleniger Säure 155.

Wesly, W., siehe Haase, L. W.

West, T. S., siehe Belcher, R.

Westall, R. G., siehe Bate-Smith, E. C.

Westrip, G. M., siehe Pring, J. N.

White, M. G., siehe Malouf, E. E.

White, M. M., siehe Calkins, L. E.

Whitehead, T. P., siehe Prior, A. P.

Wiberg, E., und Bauer, R. Ammoniumthiocarbaminat zur Fällung von Metallsulfiden 388.

Wieland, Th., und Berg, A. Carboxyliertes Papier zur chromatographischen Trennung 459.

Wijkström, T. Glaswollefilter zur Rohfaserbestimmung 352.

Wilkins, Ch. H., siehe Miller, F. A.

Willard, H. H., und Dean, J. A. Polarographische Aluminiumbestimmung 447.

Willard, H. H., und Schneidewind, R. Sulfatbestimmung in Chromaten 429.

Willard, H. H., und Winter, O. B. Entfernung störender Stoffe bei der colorimetrischen Fluorbestimmung in Wasser 289. — Siehe auch Gordon, L., sowie Zak, B.

Willbanks, O. L., siehe Jarnagin, R. C.

Willebrands jr., A. F. Flammenphotometer 46.

Williams, D. B., siehe Marks, H. C.

Williams, R. J., und Kirby, H. Papierchromatographische Entwicklerflüssigkeit 455.

Wilson, L. D., und Smith, R. J. Polarographische Analyse strömender Lösungen 436. — Kontrolle des Gehaltes an freiem Schwefeldioxyd in Maisquellwasser 437.

Winogradoff, L., siehe Jellinek, K.

Winter, H., siehe Funk, H.

Winter, O. B., siehe Willard, H. H.

Wirth, H. Mikroanalyse von Gasen durch fraktionierte Desorption 365.

Wiser, W. C., siehe Dean, R. B.

Witmer, F. J., siehe Garhart, M. D.

Wittker, siehe Wojahn, H.

Wittmann, G. Die potentiometrische Bestimmung von Eisen(II) mit Kaliumhexacyanoferrat (III) 241 [Or].

Wodsak, W. Chemische Bestimmung von Vitamin D in Lebensmitteln und pharmazeutischen Produkten 223.

Woiwod, A. J., siehe Proom, H.

Wojahn, H. Gehaltsbestimmung von Sulfonamiden 306. — Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 397.

Wojahn, H., und Wittker. Gehaltsbestimmung von Sulfonamiden 306.

Wolf, H., und Petzold, W. Die Bestimmung des Sulfatgehaltes von Chromaten und Dichromaten 429 [Or].

Wollermann, L. A., siehe Englis, D. T.

Wollish, E. B., siehe Schmall, M.

Würz, A., siehe Zahn, H.

Xavier, J., siehe Deshmukh, G. S.

Yamaguchi, K., Kawatani, T., Tabata, T., Fukushima, S., und Ito, M. Colorimetrische Bestimmung von Mutterkornalkaloiden 398.

Yamaguchi, K., Tabata, T., und Bando, K. Colorimetrische Bestimmung von Santonin in Drogen 304.

Young, H. Y., und Gortner, W. A. Mikrobestimmung des Herbicids 3-(p-Chlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff 385.

Young, Ph. Verwendung von Cer(IV)-salzen in der Maßanalyse 54.

Young, R. S. Industrial inorganic analysis 208 [L].

Young, R. S., Benfield, D. A., und Strachan, K. G. Bestimmung von CO_2 in Rauchgasen 366.

Young, R. S., Simpson, H. R., und Benfield, D. A. Bestimmung des Diamant-Gehaltes von Instrumenten 375.

Yurick, A. N., siehe Milner, O. J.

Zahn, H., und Kockläuner, R. Zur Bestimmung von Phenolen mit 2,4-Dinitrofluorbenzol. II. Mitteilung. Spaltung von Dinitrophenyläthern durch Amine 183 [Or].

Zahn, H., und Würz, A. Synthese von Dinitrophenyläther 183.

Zak, B., Willard, H. H., Myers, G. B., und Boyle, A. J. Bestimmung des eiweißgebundenen Jods durch Oxydation mit Chlorsäure 238.

Zalta, J.-P., und Khouvine, Y. Bestimmung des Phenylalanins in Eiweißhydrolysaten 240.

Zannier, H., siehe Rüdorff, W.

Zehender, F. Ozonbestimmung in Trinkwasser 286.

Zehender, F., und Stumm, W. Ozonbestimmung in Trinkwasser 286.

Zeidler, L. Nachweis von Histamin und anderen biogenen Aminen mit Tetraphenylbornatrium 319.

Zeisel, S., und Fanto, R. Methoxylbestimmung 347.

Zeller, A. Colorimetrische Bestimmung der Ascorbinsäure mit Dichlorphenolindophenol 222.

Zerbe, C. Mineralöle und verwandte Produkte. Ein Handbuch für das Laboratorium 207 [L].

Zeumer, H. Kryoskopische Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan 382.

Zeumer, H., und Neuhaus, K. Bestimmung kleinster Mengen von Hexachlorcyclohexan und DDT in Mehl und Brot 206.

Zilch, K. T., siehe Cannon, J. A.

Zill, L. P., siehe Khym, J. X., sowie Noggle, G. R.

Zimmer, H. Ein neues Verfahren zur Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 272 [Or].

Zimmermann, W. Reaktion auf Ketogruppen 319. — Schwefelbestimmung durch reduktiven Aufschluß 419.

Zinzadze, C. Colorimetrische Phosphorsäurebestimmung 210.

Žitkowa, A. S., siehe Aleksiejewa, M. W.

Zörner, A., siehe Feucht, H.

Zook, E. G., siehe Ellis, H.

Zuckerkandl, E. Spektrophotometrische Bestimmung von Cu im Serum 228.

Zuckermann, J.L., siehe Natelson, S.

Zuman, P., und Procházka, Ž. Polarographische Bestimmung von Ascorbinsäure in Ascorbigenkonzentraten 443.

Sachverzeichnis.

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Abwasser, polarographische Bestimmung des biochem. Sauerstoffverbrauchs 123; siehe auch Wasser.

p-Acetylaminobenzaldehyd - thiosemicarbazon, colorimetrische Bestimmung 160; volumetrische Bestimmung 155.

N-Acetyl-p-aminosalicylsäure, (APAS), Nebeneinanderbestimmung mit PAS 389.

Acetylcholin, biologischer Nachweis 314; Bestimmung mit Kalignost 314; colorimetrische Bestimmung 314; Ultrarotspektrum 314.

Acetylene, Bestimmung in Butadien 65.

Aconitsäure, R_f-Wert 457.

Acridone, Reaktion mit Borverbindungen 141.

Acrolein, Nachweis von Glycerin als Acrolein in Wein 254.

Acrylnitril, infrarotspektroskopische Bestimmung in Butadien-Acrylnitril-mischpolymerisaten 120.

Actinium, R_f-Wert 454.

Adenin, R_f-Wert 136.

Adenosin, R_f-Wert 136.

Äpfelsäure, R_f-Wert 457.

Äther, Wasserbestimmung 376.

p-Äthoxychrysoidin, Adsorption an Silberjodidteilchen 56.

Äthylalkohol, Qualitätskontrolle mit verbessertem Parmanganat-Zeit-Test 212.

Äthylendiamin, carbonatfreies Absorptionsmittel für CO_2 in der Gasanalyse 366.

Äthylendiamintetraessigsäure, siehe komplexometrische Titrationen.

Äthylenoxyd, Nachweis mit Perjodsäure 154.

Äthylmaleat, Hydrierung 59.

Äthylquecksilberverbindungen, Bestimmung in Schädlingsbekämpfungsmitteln 386; Trennung von Phenylquecksilberverbindungen 387.

Alanin, schnelle Identifizierung 133; papierchromatographische Bestimmung 461; R_f-Wert 135.

Aldohexosen, Farbreaktion mit o-Aminophenol 462; mit Anthron 157.

Aldrin, infrarotspektroskopische Mikrobestimmung 384; papierchromatographische Trennung von Dieldrin 385.

Alginsäure, Verwendung als Ionenaustauscher zur Trennung anorganischer Ionen 33.

Alipin, Bestimmung durch Trübungsmessung 303.

Alkali, flammenphotometrische Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 45.

Alkalimetalle, spektralanalytische Bestimmung 45.

Alkalische Lösungen, colorimetrische p_H-Messung stark alkalischer Lösungen 50.

Alkaloide, Bestimmung in organischen Lösungsmitteln 398; infrarotanalytische Bestimmung 310; Papierchromatographie 130.

Alkylpyridine, papierchromatographische Trennung 462.

Allethrolon (2-Allyl-4-oxy-3-methyl-2-cyclopenten-1-on), spektrophotometrische Bestimmung 379.

Aluminium, Bestimmung in Gegenwart großer Mengen Eisen 143; polarographische Bestimmung 447; R_f-Wert 453; Bestimmung in Kupferlegierungen 371; in Silicaten nach dem Aluminonverfahren 373; durch partielle Fällung und ferromagnetische Sedimentation in Stahl 40; photometrische Schnellbestimmung in Tonen und feuerfesten Stoffen 86; spektrophotometrische Mikrobestimmung im Calcium 68; Tüpfelnachweis in Silberlegierungen 66; Bestimmung von Kohlenstoff in Aluminium 69; spektrographische Analyse von Al-Legierungen 42; siehe auch Duraluminium.

Aluminiumbronze, Al-Bestimmung 371.

Aluminiummessing, Al-Bestimmung 371.

Aluminiumlegierungen, papierchromatographische Untersuchung 132.

Amide, Farbreaktion 154.

Amidosulfonsäure, amperometrische Titration 444.

Amine, biogene, Nachweis mit Kalignost 319; Nachweis von primären, sekundären und tertiären Aminen in Pflanzen 458; Farbreaktion primärer aromatischer Amine mit Lignin 395; Spaltung von Dinitrophenyläthern durch Amine 183.

Aminoalkohole, papierchromatographische Bestimmung 130.

2-Amino-4,6-dimethylpyrimidin, spektrophotometrische Bestimmung im Zweistoffgemisch 57.

Aminogruppen, aliphatisch, Arbeitsweise zur Mikrobestimmung nach van Slyke 153.

p-Aminohippursäure, Bestimmung in biologischem Material 234.

2-Amino-4-methylpyrimidin, spektrophotometrische Bestimmung im Zweistoffgemisch 57.

m-Aminophenol (MAP), Bestimmungsmethoden 389.

Aminosäuren, Bestimmung im Harn 135; papierchromatographische Bestimmung 130; in Liquor cerebrospinalis 461; papierchromatographische Identifizierung 133; papierchromatographische Trennung 458; papierchromatographisches Verhalten 452; papierchromatographische und papierelektrophoretische Trennung auf imprägniertem Papier 459; Anwendung der zirkulären und zweidimensionalen Papierchromatographie zur Trennung im Urin 460; Bedeutung von Kupferspuren für die papierchromatographische Trennung 134; Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf die Ninhydrinreaktion 458; Spaltung von Dinitrophenyläthern mit Aminosäuren 183.

p-Aminosalicylsäure, Bestimmung mit Dimethylaminobenzaldehyd 388; Bestimmungsmethoden 389; colorimetrische Bestimmung mit Tsuda-Reagens 389; Nebeneinanderbestimmung mit APAS 389.

Ammoniak, Wasserbestimmung in flüssigem Ammoniak mit dem Karl-Fischer-Reagens 66.

Ammoniumchlorid, Infrarotspektrum 121.

Amperometrische Titrationen, Bestimmung von Amidosulfonsäure 444; von Calcium 125; von Chlor in Insecticidrückständen 378; von Fluor-Ion 447; von Nitrit 445; von organisch gebundenem Schwefel 448; von Schwefel in Pyrit mit Hilfe stark negativer Metallelektroden 445. von Schwermetallen in pharmazeutischen Produkten 447; von Sulfit und Sulfat in Petroleumsulfonaten 446; von Thorium 444; Verwendung von Metallelektroden mit hohem negativem Potential 445.

Ampullen, Bestimmung der Alkalität 387.

Anästhesin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Analgetica, Analyse 301; Nachweis und Bestimmung stark wirkender Analgetica 306.

Analyse, qualitative organische Analyse 152.

Ananasfrüchte, Mikrobestimmung des Herbicids CMU 385.

Aneurin, Titration 398.

Anisaldehyd, Reagens zur Bestimmung von Cyclohexanon 39.

Anleitung zur Analyse der Lösungsmittel (Thinius) 209 [L].

Anorganische Ionen, Trennung durch Ionenaustausch an Alginsäure 33.

Anorganische Salze, acidimetrische Gehaltsbestimmung nach Ionenaustausch 34.

Antergan, Nachweis 391.

Anthrachinone, Reaktion mit Borverbindungen 141.

Antihistamine, Nachweisreaktion 390; Nachweis in Arzneimittelgemischen 391; colorimetrische Bestimmung392; potentiometrische Titration in alkoholischer Lösung 392; Titration in Eisessig 392; Schmelzpunkte einiger Pikrate 391.

Antimon, photometrische Bestimmung in metallischem Blei 372.

Antimonelektrode, Verwendung zur p_H-Messung 50.

Antimonpentoxyd, Infrarotspektrum 121.

Antimonsulfid, Bestimmung von Zinn 144.

Antimontrioxyd, Infrarotspektrum 121.

Antineuralgica, Analyse von Gemischen mit Antipyreticis 395.

Antipyretica, Analyse 301; Analyse von Gemischen mit Antineuralgicis 395.

Antipyrin, Farbreaktion mit Lignin 395; Bestimmung mit Kalignost 302; papierelektrophoretische Trennung von Phenacetin und Pyramidon 139.

Antistin, Nachweis 391.

Apparatur nach van Slyke, Schwierigkeiten bei der Benutzung 153.

Arabinose, Bestimmung durch zweidimensionale Papierchromatographie 201.

Arginin, papierchromatographische Bestimmung 461; R_f-Wert 135.

l-Arginin, papierchromatographische Bestimmung an imprägniertem Papier 460.

Aromatische Carbonylverbindungen, Reaktion mit Borverbindungen 141.

Arsen, Bestimmung in organischen Stickstoffverbindungen 61; Spurenbestimmung 83.

Arsenate, Infrarotspektra 121.

Arsentrioxyd, Infrarotspektrum 121.

Arzneigläser, Bestimmung der Alkalität 387.

Arzneimittelanalyse, allgemeines 301.

Arzneimittelgemische, Nachweis der Antihistaminica 391; Kalomelbestimmung 301; papierelektrophoretische Untersuchung 138.

Ascorbigen, polarographische Bestimmung von Ascorbinsäure 443.

Ascorbinsäure, colorimetrische Bestimmung mit Dichlorphenolindiphenol 222; polarographische Bestimmung in Konzentraten von Ascorbigen 443; in parmazeutischen Präparaten 443; Verluste durch Luftoxydation infolge katalytischer Metalleinflüsse 223; Bestimmung gebundener Ascorbinsäure im Lebergewebe 223; siehe auch Vitamin C.

Asparagin, schnelle Identifizierung 133.

Asparaginsäure, papierchromatographische Bestimmung 133, 461; R_f-Wert 135.

Atosil, Nachweis 391.

Atropin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Atropinsulfat, infrarotanalytische Bestimmung 310.

Aureomycin, polarographischer Nachweis und Bestimmung 129.

Avil, Nachweis 391.

Badetorf, kleine Badetorfanalyse 3; siehe auch Torf.

Bakterien, papierchromatographische Studien des Stoffwechsels 133.

Bakteriencellulose, infrarotspektrometrische Bestimmung 122.

Banthin, colorimetrische Bestimmung 313.

Barbiturate, Identifizierung durch Infrarotabsorption 303.

Barium, acidimetrische Bestimmung in $BaCl_2$ durch Ionenaustausch 36; komplexometrische Bestimmung 52; polarographische Bestimmung mit Hilfe von Komplexon 127; spektrographische Bestimmung in Schmiermaterialien 44.

Bariumchlorid, Infrarotspektrum 121.

Basen, organische, Extraktionsapparate zur Bestimmung 369.

Baumwollöl, Untersuchung mit Infrarot-, Ultraviolett- und Ramanspektroskopie 123.

Baumwollsaat, Bestimmung von Phosphorsäureverbindungen 210.

Benadryl, colorimetrische Bestimmung 392; Farbreaktion 392; siehe auch Dabylen.

Benzidinreagens, Verwendung in der Papierchromatographie 131.

Benzin, Bestimmung von Kerosin in Kerosin-Benzin-Gemischen 77.

Benzoesäure, polarographische Bestimmung von Phthalsäure in Benzoesäure 129.

Benzofuran, Identifizierung in Schieferöl 212.

Benzol, Wasserbestimmung 376.

Benzolaceton, Hydrierung 59.

Benzonitrile, Identifizierung in Schieferöl 212.

4-Benzoyl-4-carbäthoxy-1,1-dimethylpiperidiniumbromid, colorimetrische Bestimmung 313.

Berberin, Titration 398.

Bernsteinsäure, Titration in organischen Lösungsmitteln 202; R_f-Wert 457.

Bilamid, Nachweis mit Kaliumwismutjodid oder -bromid 397.

Bilirubin, Gesamtbestimmung im Serum 319; Infrarotspektrum 122.

Biologisches Material, Nachweis von Polamidon 306; Bestimmung von anorganischem Phosphor 233; von p-Aminohippursäure 234; Bestimmung von Chlor 236; von Gold 228; von Isonicotinsäurehydrazid 308; von Kobalt 300; von Metallen 226; von Milchsäure 315; von Natrium 227; von Natriumthiosulfat 234; von Molybdän und Wolfram 235; von Vitamin A mit elektrophilen Metallhalogeniden 173.

Blausäure, Bestimmung durch oscillographische Polarographie in Luft 436.

Blei, amperometrische Bestimmung in parmazeutischen Produkten 447; Bestimmung durch Messung des $PbSO_4$-Volumens 145; colorimetrische Bestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 145; in lothringischen Eisenerzen 373; Halbstufenpotential 442; komplexometrische Bestimmung 52; konduktometrische Bestimmung 326, 333; polarographische Bestimmung 126; im Blut 127; in Erzen 374; papierchromatographische Bestimmung 131, 401, 454; spektrographische Bestimmung in Schmiermaterialien 44; Spurenbestimmung 83; R_f-Wert 402; acidimetrische Bestimmung in $Pb(NO_3)_2$ durch Ionenaustausch 36; Sb-Bestimmung in Blei 372; spektralanalytische Bestimmung kleiner Wismutgehalte 42.

Blut, Bestimmung von Chrom 234; von Eisen 239; von Isonicotinsäurehydrazid 309; von Kohlenmonoxyd 231; von Rhodanid 232; von Thiamin und Thiaminphosphat 218; polarographische Bestimmung von Blei 127; siehe auch biologisches Material, Blutserum, sowie Serum.

Blutplasma, Bestimmung von Vitamin E 225.

Blutpräparate, siehe Blut.

Blutserum, elektrometrische Chlorbestimmung 237; komplexometrische Phosphatbestimmung 364; polarographische Bestimmung von Calcium 126.

Boden, Borbestimmung 209, 414; Gehalt verschiedener Böden an Bor 417; Bestimmung von Kobalt 300; von Kupfer 297; von aktivem Mangan 374; komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg 54; polarographische Bestimmung von Cu und Zn 441; turbidimetrische Bestimmung von Calcium 298.

Bodenauszüge, flammenphotometrische Kaliumbestimmung 47.

Bodenproben, Spurenanalyse 81.

Bor, Bestimmung mit Anthrimid 406; nach der Estermethode in borhaltigen Mineraldüngern 404; in Pflanzen und Böden 414. colorimetrische Bestimmung in Pflanzenmaterial und Böden 209; photometrische Mikrobestimmung 142; papierchromatographische Isolierung und colorimetrische Bestimmung mit Carminsäure 452; Gehalt an Bor von Böden 417; Düngemitteln 409; Luzerne 415; Rapspflanzen 416; des Rebstockes 416.

Borsäure, Nachweis in Holz 375; Bestimmung in pflanzlichen und tierischen Produkten 320.

Borverbindungen, Reaktion mit Oxychinonen 140.

Brennweine, Glyceringehalt 269.

Brenzcatechin, papierchromatographische Bestimmung 133.

Brenztraubensäure, R_f-Wert 457.

Neo-Bridal, Nachweis 391.

Bromat-Bromidlösungen, Maßflüssigkeiten für spektrophotometrische Titrationen 55.

Bromate, Infrarotspektra 121.

1-Brom-2,3-epoxybutan, Nachweis 154.

Bromid, colorimetrische Mikrobestimmung 150; indirekte coulometrische Bestimmung neben Chlorid 451.

Bromoform, Bestimmung in Sirupen und Pillen 301.

Bromverbindungen, organische, Bestimmung in Getränken 206.

Brot, colorimetrische Bestimmung kleinster Mengen HCH und DDT 206.

Brucin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Butadien, Bestimmung von Acetylenen in Butadien 65.

Butadien-Acrylnitrilmischpolymerisate, infrarotspektroskopische Bestimmung von Acrylnitril 120.

Butadienfabrikation, Bestimmung von leichten Kohlenwasserstoffen 64; von C_4-Kohlenwasserstoffen in Absorptionsflüssigkeiten 64.

Butadienmonoxyd, Nachweis 154.

Buttersäure, R_f-Wert 457.

Cadmium, Tüpfelnachweis in Silberlegierungen 66; amperometrische Bestimmung in pharmazeutischen Produkten 447; elektrolytische Bestimmung in Metallguß 371; komplexometrische Bestimmung 52; papierchromatographische Bestimmung 454; polarographische Bestimmung 126, 435; spektrographische Bestimmung 83; Halbstufenpotential 441; R_f-Wert 453.

Calcium, Bestimmung in Geweben durch Anfärbung mit Alizarin S 229; colorimetrische Bestimmung mit 2, 3, 4-Trioxybenzoesäure im Serum 229; flammenphotometrische Bestimmung neben Na und K 46; flammenphotometrische Bestimmung neben K und Na im Serum 47; flammenphotometrische Bestimmung im Serum 48; komplexometrische Bestimmung 52, 363; komplexometrische Bestimmung in Kalkstein und Dolomit 53; in Kalkstein 53; in pflanzlichem Material 363; in Silicaten 373; in Wasser, Pflanzen und im Boden 54; polarographische Bestimmung neben Barium und Strontium 125; polarographische Bestimmung in biologischem Material 125; in parmazeutischen Präparaten 125; polarographische und polarimetrische Bestimmung 125; spektrographische Bestimmung in Schmiermaterialien 44; turbidimetrische Bestimmung in Pflanzen und Böden 298; polarographische Bestimmung der Verunreinigungen in metallischem Calcium 440.

Calciummalat-Hexahydrat (äpfelsaures Calcium), saures, vielseitig verwendbare Urtitersubstanz 55.

Camphosulfonyl-N-methylpyridinäthylcarbonamid, Nachweis 396, 397.

Carbonate, Infrarotspektra 121.

Carotin, chromatographische Bestimmung in Milch- und Fettprodukten 217.

Carr-Price-Reaktion 161.

Carvon-Reduktionsprodukte, chromatographische Bestimmung 201.

Casantin, Nachweis 391.

Cellulose, Bestimmung 78.

Cer, R_f-Wert 454.

Cer(IV)-salze, Verwendung in der Maßanalyse 54.

Ceriterden, Trennung von Thorium 98.

Cetyltrimethylammoniumbromid, Nachweis und Bestimmung 387.

Chelatkomplexe als Grundlage für Titrationsverfahren 51.

Chinin, Bestimmung mit Kalignost 302; papierelektrophoretische Trennung von Coffein 139.

Chinolin, mikroskopischer Nachweis mit Kaliumquecksilberjodid 257; mit Pikrinsäure 257.

Chlor, potentiometrische Bestimmung im Harn 237; im Blutserum 237; im Plasma und Urin 236; volumetrische Bestimmung in lothringischen Eisenerzen 374; colorimetrische Bestimmung des freien Chlors in Wasser 289; Bestimmung des Restchlors in Abwasser 290.

Chlorate, Infrarotspektra 121.

Chlorid, colorimetrische Bestimmung mit Quecksilber(II)-thiocyanat 291; indirekte coulometrische Bestimmung neben Bromid 451; mercurimetrische Titration in Kondenswasser 290.

Chlor-Ion, amperometrische Bestimmung in Rückständen von Insecticiden 378; Schutzkolloide bei der argentometrischen Chlortitration 56.

4-Chlor-2-methyl-phenoxyessigsäure, chromatographische Bestimmung in technischen Produkten 380.

Chloroform, Wasserbestimmung 376.

3-(p-Chlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff (CMU), colorimetrische Bestimmung in Pflanzengewebe 385.

β-Chlorstearinsäure, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

p-Chlorstyroloxyd 155.

Cholesterin, Bestimmung in kleinsten Gewebsmengen 316.

Cholin, biologischer Nachweis 314; Bestimmung mit Kalignost 314; Ultrarotspektrum 314.

Chrom, Bestimmung durch Oxydation mit Perchlorsäure 149; polarographische Bestimmung 437; spektrographische Bestimmung 83; im Stahl 44; im Blut 234; Bestimmung in Erdöl 75; in Chromstahl 73; in lothringischen Eisenerzen 373.

Chrom(VI), Bestimmung neben dreiwertigem Eisen 434.

Chromate, Infrarotspektra 121; Sulfatbestimmung in Chromaten 429.

Chromatographie, Bestimmung von 4-Chlor-2-methyl-phenoxyessigsäure 380; von Heptachlor 384; von Indol-3-essigsäure 319; von mehrkernigen Kohlenwasserstoffen in Industrieabwasser 293; von Morphin in Opium 398; von Vitamin A und Carotin in Milch- und Fettprodukten 217; Nachweis von Cadmium in Silberlegierungen 67; Reinigung von Tocopherol 225; Reinigung der Proben zur Vitamin-A Bestimmung 216; Trennung von 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure und 2, 4, 5-Trichlorphenoxyessigsäure 379; von Essigsäure, Mono- und Dichloressigsäure 200; von Gemischen polymerer Verbindungen 199; der isomeren Hexachlorcyclohexane 382; Verbesserung der Technik 200.

Chromometrische Analyse 62.

Chromoxyd, colorimetrische Bestimmung in Fäces oder Nahrungsmitteln 235.

Chromstähle, vollständige Analyse 73; siehe auch Stahl.

Citraconsäure, R_f-Wert 457.

Citrallin, papierchromatographische Bestimmung 461.

Citronensäure, R_f-Wert 457.

Cliradon, Nachweis und Bestimmung 306.

Cocain, Bestimmung mit Kalignost 302; Bestimmung durch Trübungsmessung 303; Fällungsreaktion 398.

Cocainhydrochlorid, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

Codein, Bestimmung mit Kalignost 302; als Reinecke-Salz 398; Fällungsreaktion 398; Trennung von Morphin mittels Ionenaustausch 49.

Codeinphosphat, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

Coffea-Urtinktur, Reaktionen 307.

Coffein, papierelektrophoretische Trennung von Chinin 139.

Colchicin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Colchicinderivate, Hydrierung 59.

Coproporphyrin I, Infrarotspektrum 122.

Coproporphyrin III, Infrarotspektrum 122.

Coramin, Nachweis 396; Nachweis mit Kaliumwismutjodid oder -bromid 397.

Cotarnin, Titration 398.

Coulometrie, Grundlage 448; Zusammenstellung bisher angewendeter Titrationen 448; Bestimmung von Thallium(I) 450; von Thiosulfat 449; von Uran 450; von Uran(IV) mit elektrolytisch erzeugtem Cer(IV) 451; coulogravimetrische Bestimmung von Chlorid und Bromid nebeneinander 451; Titration von Kupfer(II)-bromidlösungen 449.

Cumarine, papierchromatographische Identifizierung 463.

Curareersatzmittel, Titration 398.

Curarepräparate, synthetische, analytische Reaktionen 311.

Cyan, Bestimmung in cyanhaltigen Drogen 302.

Cyanate, Infrarotspektra 121.

1-Cyan-1,3-butadien, diazometrische Bestimmung 79.

Cyanide, colorimetrische Bestimmung 283; Infrarotspektra 121.

Cyanoferrat(III)-Ionen, Nachweis neben $[Fe(CN)_6]^{4-}$ durch den Zink-1,10-Phenanthrolinkomplex 57.

Cyclohexanon, Bestimmung mit Piperonylaldehyd und Anisaldehyd 38; Reagens zur Heliotropinbestimmung 189.

Cyclohexenoxyd, Nachweis 155.

Cyclopentenoxyd, Nachweis 154.

Cystein, papierchromatographische Bestimmung 461.

Cystin, Identifizierung 133; papierchromatographische Bestimmung 461.

Cytidin, R_f-Wert 136.

Cytosin, R_f-Wert 136.

Dabylen, Nachweis 391.

DDT, Bestimmung kleiner Mengen 383; colorimetrische Bestimmung in Mehl und Brot 206; fluorescenzoptischer Nachweis 382.

Dead-stop-Methode 449; Bestimmung kleiner Mengen organischer Peroxyde 155; Verwendung zur Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 142.

Desinfektionsmittel, Nachweis und Bestimmung von Cetyltrimethylammoniumbromid 387.

Desoxycholsäure, colorimetrische Bestimmung 316; mit Vanillin 317.

Desoxyribonucleinsäure, colorimetrische Mikrobestimmung mit Hilfe der Indolreaktion 320.

Dessertweine, Glyceringehalt 269.

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung (Haase) 281 [L].

Deutsche Weine, Glyceringehalt 269.

Dextran, Bestimmung im Serum und Urin 239.

Diabetikerharn, papierchromatographische Untersuchung 132.

N-Diäthylmethyläthanolaminbromidester von 2,2-Diphenylpenten-4-carbonsäure, colorimetrische Bestimmung 313.

Diäthylthiobarbitursäure, volumetrische Bestimmung mit seleniger Säure 155.

Diamant, Bestimmung in verschiedenen Geräten und Materialien 375.

Diaminoguanidinsalze, Identifizierung mittels des Debye-Scherrer-Diagramms 156.

Diamorphinhydrochlorid, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

2,2′-Dichinolyl, Reagens zur Kupferbestimmung 297.

Dichlorbernsteinsäuredimethylester, Bestimmung in Lebensmitteln 379.

Dichloressigsäure, chromatographische Trennung von Essigsäure und Monochloressigsäure 200.

2,4-Dichlorphenoxyessigsäure, Herbicid, Bestimmung neben anderen Herbiciden 379.

Dichromate, Infrarotspektra 121; Sulfatbestimmung in Dichromaten 429.

Didym, R_f-Wert 454.

Die gewerblichen und industriellen Abwässer, Entstehung, Schädlichkeit, Verwertung, Reinigung und Beseitigung (Sierp) 371 [L].

Die Praxis des organischen Chemikers (Gattermann-Wieland) 119 [L].

Dieldrin, infrarotspektroskopische Mikrobestimmung 384; papierchromatographische Trennung von Aldrin 385.

Dienzahl, diazometrische Ermittlung 79.

Digitalisdroge, Bestimmung der herzwirksamen Substanzen 393.

Digitonin, Bestimmung mit dem Anthronreagens 394.

Digitoxigenin, fluorimetrische Bestimmung 394.

Digitoxin, fluorimetrische Bestimmung 394.

Diglykolsäure, R_f-Wert 457.

2,3-Dihydropyran, Bestimmung durch Bromierung 378.

Dihydrorotenon, infrarotspektrophotometrische Bestimmung 386.

Dilaudidhydrochlorid, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

2-Dimethylamino-4,4-diphenylheptanon (5)-hydrochlorid, siehe Polamidon.

Dimethylanilin-, Wasser- und Essigsäuregemische, Analyse 367.

Dimethylbernsteinsäure, R_f-Wert 457.

Dimethylformamid, Lösungsmittel zur Titration von Phthalsäureanhydrid, Monomethylphthalat, Kaliumphthalat, Ölsäure und Bernsteinsäure 202.

DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse (Deutscher Normenausschuß) 119 [L].

2,4-Dinitroanisol, Darstellung von Dinitrophenylvalin 187.

2,4-Dinitrofluorbenzol, Reagens zur Bestimmung von Phenolen 183.

2,4-Dinitrophenetol, Darstellung von 2,4-Dinitrophenylglycin 187.

Dinitrophenolderivate der Aminosäuren, papierchromatographische Bestimmung 130.

Dinitrophenole, Prüfung der Isomeren durch oscillographische Polarographie 436.

Dinitrophenyläther, Spaltung durch Amine 183.

2,4-Dinitrophenylglycin, Darstellung 186, 187.

ε-Dinitrophenyl-Oxylysin, Darstellung 188.

Dinitrophenylphenol, Darstellung 186, 188.

2,4-Dinitrophenylphenol, Spaltung mit Hexamethylendiamin 186.

2,4-Dinitrophenylvalin, Darstellung 187.

Dionin, Bestimmung mit Kalignost 302.

2,4-Dioxybenzoesäure, Papierchromatographische Bestimmung 133.

Diphenyl, infrarotspektrometrische Bestimmung in imprägniertem Karton und Orangenschalen 122.

Diphenylhydantoinsäure, Trennung von Luminal mit der Kupferreaktion 304.

Diphosphat, papierelektrophoretische Bestimmung 463.

Dolomit, komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium 53.

Dreiwertige Metalle, Abtrennung von den zweiwertigen 203.

Drogen, Bestimmung von Cyan 302; colorimetrische Bestimmung von Santonin 304; Nachweis von Lobelin 310.

Düngemittel, Übersicht über die Analysenmethoden 297; Borgehalt 409; colorimetrische Phosphatbestimmung 297.

Duraluminium, Spektralanalyse 41.

Edelstähle, Anwendung des Quantometers zur Produktionskontrolle 43.

Einführung in die Kristallchemie VIII (Evans) 198 [L].

Eisen, Tüpfelnachweis in Silberlegierungen 66; acidimetrische Bestimmung in $FeNH_4(SO_4)_2$ durch Ionenaustausch 36; colorimetrische Bestimmung mit 2,2′,2″-Tripyridyl 292; colorimetrische Bestimmung in Silicaten 373; im Erdöl 75; komplexometrische Bestimmung 52; papierchromatographische Untersuchung 131; papierchromatographische Bestimmung in Messing 456; R_f-Wert 453; photometrische Bestimmung 247; in Tonen und feuerfesten Stoffen 86; in Calcium 68; Halbstufenpotential 441; polarographische Bestimmung 128; in Nichteisenlegierungen 128; spektrographische Bestimmung in Schmiermaterialien 44; in gebrauchtem Schmieröl 44; Spurenbestimmung mit Hilfe von Pilzkulturen 226; Trennung von Cu, Ni, Mg durch Ionenaustausch 35; Bestimmung in Chromstahl 73; in Erdöl 74; in chromatbehandeltem Kühlwasser 282; im biologischen Material, Blut, Plasma, Serum 226, 238, 239; Bestimmung der Eisenbindungsfähigkeit von Serum 238; siehe auch Gußeisen.

Eisen(II), potentiometrische Bestimmung mit Kaliumhexacyanoferrat-(III) 241.

Eisen(III)-Ion, Bestimmung mit Quecksilber(I)-nitrat 204.

Eisenerze, Bestimmung von Cr, Ni, Co, Cu, Pb, Zn, Cl, J und F 373; Untersuchung lothringischer Erze 373.

Eiweiß, Bestimmung im Liquor cerebrospinalis und im Harn 314.

Eiweißhydrolysate, Bestimmung von Phenylalanin 240; siehe auch biologisches Material.

Eiweißpherogramme, quantitative photometrische Auswertung 139.

Electroanalytical Chemistry (Lingane) 118 [L].

Elektrochemisches Praktikum (Müller-Reuther) 117 [L].

Elektrokinetische Ultrafiltration, Trennung niedermolekularer Polysaccharide von höhermolekularen 199.

Elementaranalyse, Bestimmung von Arsen in organischen Stickstoffverbindungen 61; von Halogen 61; von Kohlenstoff und Wasserstoff 60; von C-, H-, und Schwefel 60; C-, H-Bestimmung und Isotopenmessung 59;

Ellagsäurederivate, methylierte, Methoxylbestimmung 345.

Entfärbungskohle, Wertbestimmung 78.

Ephedrin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Epichlorhydrin, Nachweis 154.

1,2-Epoxybutan, Nachweis 154.

2,3-Epoxybutan, Nachweis 154.

Epoxyde, Nachweis 154.

Erbium, R_f-Wert 454.

Erdnußbutter, colorimetrische Hexachlorcyclohexan-Bestimmung 381.

Erdöl, Bestimmung von Spurenmetallen 73, 74; von Stickstoff 75; siehe auch Petroleum.

Erdöldestillate, Bestimmung des Pyrrolstickstoffs 77.

Erdölprodukte, Bestimmung von Stickstoff 75.

Eriochromschwarz T, Herstellung stabiler Indicatorlösungen 52.

Erythrocyten, Bestimmung von Thiamin und Thiaminphosphat 218.

Essigsäure, chromatographische Trennung von Mono- und Dichloressigsäure 200; Analyse von Essigsäure-, Wasser- und Dimethylanilingemischen 367; R_f-Wert 457.

Estovain, Bestimmung durch Trübungsmessung 303.

Eumydrin, Titration 398.

Europium, R_f-Wert 454.

Experimentelle Einführung in die anorganische Chemie (Biltz-Klemm-Fischer) 198 [L].

Fäces, colorimetrische Bestimmung von Chromoxyd 235; siehe auch biologisches Material.

Fällung aus homogener Lösung, Trennung der Carbonate von Praseodym und Lanthan und der Yttriumgruppe 144.

Ferricyanide, Infrarotspektra 121.

Ferrocyanide, Infrarotspektra 121.

Ferromagnetische Sedimentation, Anwendung zur Aluminiumbestimmung in Stahl 40.

Fettprodukte, Bestimmung von Vitamin A und Carotin 217.

Fettsäuren, Papierchromatographie 130.

Feuchtigkeit, Bestimmung mit dem Karl-Fischer-Reagens in Ölen und Schmiermitteln 295.

Fischleberöle, colorimetrische Bestimmung von Vitamin A 215.

Flammenphotometrie, Schwierigkeiten beim Arbeiten mit einem Beckman-Flammenphotometer 45; Verringerung des Flüssigkeitsbedarfs 46; Zerlegung und Intensitätsmessung von Strahlungen 45; Zusammenhang zwischen der Form der Flamme und Verbrennungs- sowie Ausströmungsgeschwindigkeit des Brenngasgemisches 45; Aufbau von Flammenphotometern und Flammenspektrophotometern 45; Erhöhung der Empfindlichkeit des Perkin-Elmer-Flammenphotometers 46; Flammenphotometer nach Willebrands 46; Zweizellenflammenphotometer nach Leppänen und Mitarb. 46; Analyse geringster Serummengen 47; Bestimmung von Alkali in pharm. Präparaten 45; von Calcium im Blutserum 48; von Kalium im Pflanzenmaterial 47; in Bodenauszügen 47; von K und Na in Silicaten 373; im Serum 48; von Na, K und Ca 46; im Serum 47.

Flavone, fluorimetrischer Nachweis 304; papierelektrophoretische Trennung 139; Reaktion mit Borverbindungen 141.

Fleisch, colorimetrische Hexachlorcyclohexan-Bestimmung 381.

Fluor, Bestimmung durch Destillation als H_2SiF_6 149; colorimetrische Bestimmung in lothringischen Eisenerzen 374; Bestimmung im Harn 236.

Fluorenderivate, colorimetrische Untersuchung 159.

Fluorimetrie, Bestimmung von Digitoxigenin, Digitoxin und Purpureaglucosid A 394; Nachweis von HCH und DDT 382.

Fluor-Ion, amperometrische Bestimmung 447; Bestimmung im Trinkwasser durch Katalyse der J^--Ce^{4+}-Reaktion 289; colorimetrische Bestimmung in Wasser 289; titrimetrische Bestimmung in Wasser mit Thoriumnitrat 288.

Fluorkohlenstoffderivate, massenspektrometrische Sauerstoffbestimmung 362.

Formaldehyd, colorimetrische Mikrobestimmung 156; Titrationsverfahren mit Hilfe von KCN-Lösung 155.

Fructose, Bestimmung in Pflanzenextrakten durch Ionenaustauschchromatographie 49.

Früchte, colorimetrische Hexachlorcyclohexan-Bestimmung 381.

Fumarsäure, R_f-Wert 457.

Fungicide, Bestimmung von Dichlorbernsteinsäuredimethylester in Lebensmitteln 379; Bestimmung von SR-406 385; siehe auch Schädlingsbekämpfungsmittel.

Furfurylidenaceton, jodometrische Bestimmung 213.

Futtergräser, colorimetrische Co-Bestimmung 299.

Futtermittel, Bestimmung von Vitamin A 216.

Gadolinium, R_f-Wert 454.

Galactose, Bestimmung durch zweidimensionale Papierchromatographie 201.

Gallium, Erfassung bei der Spurenanalyse 83.

Gallussäure, papierchromatographische Bestimmung 133.

Gasanalyse, dynamische Methode zur Analyse von Stadtgas 63.

Gase, Mikroanalyse durch fraktionierte Desorption 365.

Gemüse, colorimetrische Hexachlorcyclohexan-Bestimmung 381.

Gentisinsäure, papierchromatographische Bestimmung 133.

Gesteine, colorimetrische Bestimmung von Chlorid 291; Spurenanalyse 81.

Getränke, Bestimmung von organischen Bromverbindungen 206.

Getreide, Wasserbestimmung 79.

Getreideweichwasser, Bestimmung von Milchsäure 315.

Gewebe, Calciumbestimmung durch Anfärbung mit Alizarin S 229; Cholesterinbestimmung 316; siehe auch biologisches Material.

Glucosamin, Bestimmung durch Abspaltung von Ammoniak 240.

Glucose, Bestimmung in Pflanzenextrakten durch Ionenaustauschchromatographie 50; Bestimmung durch zweidimensionale Papierchromatographie 201; papierchromatographische Untersuchung 132.

Glutaminsäure, Identifizierung 133; papierchromatographische Bestimmung 461; papierelektrophoretische Trennung von Lysin und Leucin an Carboxylpapier 460; R_f-Wert 135.

Glutarsäure, R_f-Wert 457.

Glycerin, Bestimmung durch Überführung in Chinolin 260; durch Oxydation mit Dichromat 156; Bestimmung in Wein und weinähnlichen Erzeugnissen 252; Isolierung von Triäthylenglykol aus Mischungen mit Wasser und Glycerin 212; Gehalt verschiedener Weine an Glycerin 269.

Glycin, Identifizierung 133; papierchromatographische Bestimmung 461; R_f-Wert 135.

Glykolsäure, R_f-Wert 457.

Gold, spektrographische Spurenbestimmung 83; Bestimmung in biologischem Material 228.

Guanidinderivate, Infrarotspektra 121.

Guanin, R_f-Wert 136.

Guanosin, R_f-Wert 136.

Gußeisen, Schwierigkeiten bei der spektographischen Analyse 43; spektographischen Si-Bestimmung 43.

Härte des Wassers, Entfernung von Polyphosphat durch Ionenaustauscher vor der komplexometrischen Bestimmung 363.

Halogene, Bestimmung in organischen Verbindungen 61; Verhalten in wäßriger Lösung 141.

Halogenide, organische, Identifizierung durch Reaktion mit Aminen 160.

Handbuch der analytischen Chemie III. Teil: Quantitative Bestimmungs- und Trennungsmethoden Fresenius-Jander 117 [L].

Handbuch der physiologisch- und pathologisch-chemischen Analyse (Hoppe-Seyler/Thierfelder) 215 [L].

Harn, Nachweis von Nitrit 232; von Polamidon 306; Bestimmung von Cliradon 306; von Corticosteroiden 317; von Eiweiß 314; von Fluor 236; von Isonicotinsäurehydrazid 309; von 17-Oxycorticosteroiden 318; von primärem Phosphat 234; von quaternären Ammoniumverbindungen 314; von Quecksilberspuren 229, 230; flammenphotometrische Natriumbestimmung 46; Na- und K-Bestimmung 46; potentiometrische Chlorbestimmung 237; siehe auch biologisches Material sowie Urin.

Harnstoff, Farbreaktion mit Lignin 395.

Hefe, Bestimmung von Vitamin D 224.

Heliotropin, Nachweis in Vanillin-Heliotropinmischungen 189.

Heptachlor, Insecticid, chromatographische Bestimmung 384.

Herbicide, Bestimmung von 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure und 2,4,5-Trichlorphenoxyessigsäure 379; Mikrobestimmung von 3-(p-Chlorphenyl-) 1,1-dimethylharnstoff 385; siehe auch Schädlingsbekämpfungsmittel.

Herzwirksame Glucoside, photometrische Bestimmung 393.

Herzwirksame Substanzen, colorimetrische Bestimmung 393.

Heu, Wasserbestimmung 79.

Hexachlorcyclohexan, fluorescenzoptischer Nachweis 382; empfindliche colorimetrische Bestimmung 381; colorimetrische Bestimmung kleinster Mengen in Mehl und Brot 206.

γ-Hexachlorcyclohexan, biologische Bestimmung 383; chromatographische Trennung aus dem Isomerengemisch 382; kryoskopische Bestimmung in Lindan 382; polarographische Bestimmung 383; siehe auch Lindan.

Hexamethonium, colorimetrische Bestimmung 314.

Hexamethylendiamin, Spaltung von Dinitrophenyläther 183.

Hexanitratocerate, Infrarotspektra 121.

Hexaoxydiphensäurederivate, Methoxylbestimmung methylierter Derivate 345.

Hibernon, Nachweis 391.

Histaphen, Farbreaktion 392.

Histamin, Nachweis mit Kalignost 319.

Histidin, papierchromatographische Bestimmung 461; R_f-Wert 135.

l-Histidin, papierchromatographische Bestimmung an imprägniertem Papier 460.

Holmium, R_f-Wert 454.

Holzöl, Untersuchung mit Infrarot-, Ultraviolett- und Ramanspektroskopie 123.

Homogene Lösung, siehe Fällung aus homogener Lösung.

Hydrastinin, Titration 398.

Hydrazin, Farbreaktion mit Lignin 395.

Hydrierung, Apparatur zur quantitativen Hydrierung 59.

Hydrierungen, Beurteilung des Reaktionsverlaufes durch Papierchromatographie 320.

Hydrochinon, Papierchromatographische Bestimmung 133.

Hydrogencarbonate, Infrarotspektra 121.

Hydrogensulfate, Infrarotspektra 121.

Hyoscyamin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Hypojodit, polarographische Bestimmung 438.

Hyponitrit, Nachweis neben α-Oxyhyponitrit, Nitrit und Nitrat durch UV-Absorption 147.

Hypophosphat, volumetrische Bestimmung mit Cer(IV)-salz 148.

Hypoxanthin, R_f-Wert 136.

Indium, Bestimmung in Cd-haltigen Zinkerzen durch oscillographische Polarographie 435; spektrographische Bestimmung bei der Spurenanalyse 83.

Indole, Farbreaktion mit Lignin 395.

Indol-3-essigsäure, Wuchsstoff, colorimetrische und chromatographische Bestimmung in pflanzlichem Material 319.

Industrial inorganic analysis (Young) 208 [L].

Infrarotspektroskopie, Fortschritte und analytische Anwendung 119; Anwendung 123; Verwendung in der qualitativen Analyse 121; Vorbereitung fester Proben 120; Gasanalysator zur Kohlendioxydbestimmung 121; Nachweis von Toxaphen 122; Bestimmung von Acrylnitril 120; von Aldrin und Dieldrin 384; von Alkaloiden 310; von Bakteriencellulose 122; von Barbituraten 303; von Baumwoll-, Holz- und Sojabohnenöl 123; von Diphenyl 122; von „Systox" 276; Nebeneinanderbestimmung von Rotenon und Dihydrorotenon 386; Untersuchung von Abwässern der Petroleumraffinerie, Butadienfabrikation, Hydrieranlage, Kokerei und organischer Synthese 293; Spektra von Porphyrinen (Bilirubin, Coproporphyrin I und Coproporphyrin III) 122; von Verbindungen mit hohem Stickstoffgehalt 121; siehe auch Ultrarotspektroskopie.

Insecticide, Bestimmung von Heptachlor 384: der Rückstände hochchlorierter Insecticide 378; infrarotspektroskopische Bestimmung von Aldrin und Dieldrin 384; papierchromatographische Trennung von Aldrin und Dieldrin 385; siehe auch Schädlingsbekämpfungsmittel.

Insulin, polarographische Zn-Bestimmung 443.

Ionenaustausch, Bibliographie der analytischen Anwendungen von Austauschharzen 48; Bestimmung von Kieselsäure in Wasser 282; von Kieselsäure in chromatbehandeltem Kühlwasser 282; Bestimmung von Narcoticis 49; Entfernung der Polyphosphate bei der komplexometrischen Härtebestimmung 363; Entfernung von Phosphat-Ionen bei der Ca-Bestimmung 363; Reinigung von Nitrat zur colorimetrischen Bestimmung 376; Trennung des Morphins von Codein 49; des Rheniums von Molybdän 48.

Ionenaustauscher, Leitfähigkeits- und p_H-Messungen zur Bewertung und Kontrolle von Ionenaustauschern 112; Verwendung von Alginsäure als Austauscher 33.

Ionenaustauschchromatographie, quantitative Analyse von Zuckern in Pflanzenextrakten 49.

Isoleucin, Identifizierung 133; papierchromatographische Bestimmung 461.

Isonicotinsäure, Farbreaktion zur Erkennung in der Papierchromatographie 463.

Isonicotinsäurehydrazid, Analytik 307; Bestimmung 397; Bestimmung durch Oxydation mit Silberoxyd 308; Bestimmung mit Dinitrochlorbenzol 307; colorimetrische Bestimmung mit Pikrylchlorid 309; colorimetrische Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 308, 309; jodometrische Bestimmung 307, polarographisches Verhalten 444; Titration mit Kaliumjodatlösung 308; mit Permanganat 308; UV-spektrophotometrische Bestimmung 310; Reaktion mit CNBr 307.

Isotopenmessung, ^{13}C-, ^{14}C-, ^{2}H- und ^{3}H-Bestimmung in organischen Substanzen 59.

Isotopenverdünnungsanalyse, Bestimmung von Wasser 65.

Itaconsäure, R_f-Wert 457.

Jod, alkalimetrische Bestimmung 100; argentometrische Bestimmung 101; Bestimmung durch Oxydation in Wasser und Solen 291; polarographische Bestimmung 438; volumetrische Bestimmung in lothringischen Eisenerzen 374.

Jod, eiweißgebunden, Bestimmung durch Oxydation mit Chlorsäure 238; Bestimmung im Serum 237.

Jodate, Infrarotspektra 121.

Kalignost, Reagens zur Bestimmung stickstoffhaltiger Arzneimittel 302.

Kalium, flammenphotometrische Bestimmung in Bodenauszügen 47; in Erdöl 75; im pflanzlichen Material 47; im Harn 46; im Serum 48; in Silicaten 373; neben Na und Ca 46; neben Na und Ca im Serum 47; indirekte polarographische Bestimmung 124;

Kaliumphthalat, Titration in organischen Lösungsmitteln 202.

Kalkstein, komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium 53.

Kalomel, jodometrische Bestimmung in Arzneimitteln 301.

Karl-Fischer-Methode, Wasserbestimmung in flüssigem Ammoniak 66; in pharmazeutischen Produkten 388.

Kathodenstrahlpolarograph 433.

Kerosin, Analyse von Kerosin-Benzingemischen 77.

Kesselspeisewasser, Behandlung von Gleichgewichten mit vielen Komponenten 102; Leitfähigkeits- und p_H-Messungen 112; siehe auch Wasser.

Ketohexosen, Farbreaktion 462; Farbreaktion mit Anthron 157.

Khellin, kristallographischer Nachweis als Reinecke-Salz 399.

Kieselsäure, Bestimmung in chromatbehandeltem Kühlwasser mit Anionenaustauschern 282; Bestimmung der echt und kolloid gelösten Kieselsäure in Wasser 282; colorimetrische Bestimmung in Silicaten 373.

Kobalt, empfindlicher spektralanalytischer Nachweis 41; Tüpfelnachweis in Silberlegierungen 66; colorimetrische Bestimmung mit Nitroso-R-salz in Futtergräsern 299; colorimetrische Bestimmung in biologischem Material und Boden 300; in lothringischen

Eisenerzen 373; komplexometrische Bestimmung 52; Papierchromatographie 454; papierchromatographische Trennung von Ni und Cu 401; R_f-Wert 453; polarographische Bestimmung 437; neben Ni 124; Halbstufenpotential 442; spektralanalytische Bestimmung bei der Spurenanalyse 83; Bestimmung in biologischem Material 226.

Kobalt(III)-lösungen, polarographische Bestimmung an der rotierenden Silberamalgamelektrode 435.

Kobalt(III)-nitrite, Infrarotspektra 121.

Körperflüssigkeiten, colorimetrische Nitratbestimmung 232; siehe auch biologisches Material.

Kohlendioxyd, Absorption in Äthylendiamin als carbonatfreiem Absorptionsmittel 366; Bestimmung in SO_2-haltigen Rauchgasen 366; Infrarot-Gasanalysator 121.

Kohlenhydrate, Farbreaktion mit Anthron 157; Molisch-Reaktion mit α-Naphthol 158; colorimetrische Bestimmung im Serumeiweiß 239.

Kohlenhydratesterphosphorsäure, colorimetrische Bestimmung 211.

Kohlenmonoxyd, Bestimmung in Gemischen von Stickstoffoxyden 366; colorimetrische Bestimmung im Blut 231.

Kohlenstoff, Bestimmung in metallischem Aluminium 69; gleichzeitige Bestimmung mit H und S in organischen Substanzen 60; Mikro- und Halbmikrobestimmung in organischen Substanzen 60; Schnellbestimmung in organischen Substanzen 60.

Kohlenwasserstoffe, Bestimmung in Kühlwasser oder Dampfkondensaten der Butadienfabrikation 64; mehrkernige, chromatographische Bestimmung in Industrieabwasser 293; massenspektrometrische Sauerstoffbestimmung 362.

C_4-Kohlenwasserstoffe, Bestimmung in Absorptionsflüssigkeiten der Butadienfabrikation 64.

Kohlenwasserstoffgemische, massenspektrometrische Bestimmung von n- und Iso-Paraffinen 362.

Kolloidchemisches Praktikum (Sauer) 199 [L].

Komplexometrische Titrationen, allgemeine Übersicht 51; Bestimmung von Calcium und Magnesium in Silicaten 373; in Kalkstein und Dolomit 53; in Wasser, Pflanzen und Boden 54; von Calcium in pflanzlichem Material 363; von Magnesium in pflanzlichem Material 363; von Mg, Ca, Sr, Ba, Zn, Cd, Hg, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Pb, Bi 52; von Zn, Mn, Ca und Mg 20; Härtebestimmung in Wasser 363; stabile Eriochromschwarz T-Lösungen 52.

Komplexon, Verwendung zur polarographischen Bestimmung von Sulfat und Barium 127.

Komplexone, Verwendung zur Bestimmung von Zink 124; Kobalt 124; Kupfer 124; und Calcium 125; von Calcium in biologischem Material 125.

Kondenswasser, siehe Wasser.

Konduktometer nach R. B. Fischer und D. J. Fisher 58.

Klinische Chemie, Literaturübersicht 313.

m-Kresol, Papierchromatographische Bestimmung 133.

o-Kresol, Papierchromatographische Bestimmung 133.

p-Kresol, Papierchromatographische Bestimmung 133.

Kühlwasser, siehe Wasser.

Kupfer, acidimetrische Bestimmung in $CuSO_4$ nach Ionenaustausch 36; colorimetrische Bestimmung im Boden und in Pflanzenmaterial 297; in lothringischen Eisenerzen 373; in Seewasser 283; in Wasser 283; komplexometrische Bestimmung 52; papierchromatographische Bestimmung in Messing 456; papierchromatographische Trennung von Ni und Co 401; papierchromatographische Untersuchung 131; R_f-Wert 453; polarographische Bestimmung 126; neben Ni 124; in Wein 442; in Pflanzenmaterial und Bodenproben 441; Halbstufenpotential 440, 441, 442; photometrische Bestimmung als Sulfat 321; spektrophotometrische Bestimmung im Serum 228; spektralanalytische Bestimmung in Cu-Al-Zn-Legierungen 42; in Schmiermaterialien 44; spektranalalytische Erfassung bei der Spurenanalyse 83; Spurenbestimmung mit Hilfe von Pilzkulturen 226; Trennung von Fe, Ni, Zn, Mg durch Ionenaustausch 35; Bestimmung in Erdöl 74; in chromatbehandeltem Kühlwasser 282; in biologischem

Material 226; optische Durchlässigkeit von Salzlösungen mit verschiedenen Säuren 323.

Kupfer(II), mikroanalytische, amperometrische Bestimmung in pharmazeutischen Produkten 447.

Kupfer(II)-bromidlösungen, coulometrische Titration 449.

Kupferlegierungen, Al-Bestimmung 371.

Laboratoriumsdiagnose menschlicher Virus- und Rickettsieninfektionen (Klöne) 312 [L].

Lactose, Farbreaktion 462.

Lävulinsäure, R_f-Wert 457.

Lanthan, R_f-Wert 454.

Laurinsäure, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

Lebensmittel, Bestimmung von Dichlorbernsteinsäuredimethylester 379; von Vitamin A 216; von Vitamin D 223.

Leberkonzentrate, Bestimmung von Vitamin B_{12} 220.

Legierungen, Spektralanalyse von Al- und Mg-Legierungen 42; von Cu-Al-Zn-Legierungen 42.

Leitungswasser, siehe Wasser.

Leucin, Identifizierung 133; papierchromatographische Bestimmung 461; papierelektrophoretische Trennung von Lysin und Glutaminsäure an Carboxylpapier 460; R_f-Wert 135.

Leybold polarographische Berichte (Hans-Bergmeyer) 198 [L].

Linaloolmonoxyd, chromatographische Reinigung 201.

Lindan, colorimetrische Bestimmung in der Luft 381; kryoskopische Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan 382; siehe auch γ-Hexachlorcyclohexan.

Linolensäure, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

Linolsäure, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

Lipoidverbindungen, Papierchromatographie 130.

Liquor cerebrospinalis, Eiweißbestimmung 314; Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 309; papierchromatographische Trennung der Aminosäuren 461.

Lobelin, Nachweis in Drogen 310; Titration 398.

Lokalanästhetica, Bestimmung durch Trübungsmessung 303.

Luft, Bestimmung von Lindan 381; von Ozon 62; von Schwefeldioxyd 62; von Quecksilber 230; von Schwefelkohlenstoff 436; von H_2S, SO_2 und HCN durch oscillographische Polarographie 436; Analyse von Wasserstoff-Deuteriummischungen in Gegenwart von Luft 141.

Luminal, Trennung von Diphenylhydantoinsäure durch Kupferreaktion 304.

Luminol, Chemilumineszenzindicator zur Titration undurchsichtiger Flüssigkeiten 55.

Luvistin, Nachweis 391.

Luzerne, Borgehalt auf verschiedenen Standorten 415.

Lysin, papierchromatographische Bestimmung 461; papierelektrophoretische Trennung von Leucin und Glutaminsäure an Carboxylpapier 460; R_f-Wert 135.

l-Lysin, papierchromatographische Bestimmung an imprägniertem Papier 460.

Magnesium, komplexometrische Bestimmung 52; in Kalkstein 53; in Kalkstein und Dolomit 53; in Pflanzenmaterial 363; in Silicaten 373; in Wasser, Pflanzen und Boden 54; spektralanalytische Bestimmung in Duraluminium 41; Trennung von Fe, Cu, Ni, Zn durch Ionenaustausch 35; Bestimmung in biologischem Material 226.

Magnesiumlegierungen, gravimetrische Bestimmung von Thorium und seltenen Erden 67; photometrische Bestimmung von Zirkon 67; spektrographische Analyse von Mg-Legierungen 42.

Maisquellwasser, polarographische Kontrolle des Schwefeldioxydgehaltes 437.

Maleinsäure, R_f-Wert 457.

Maleinsäureanhydrid, polarographische Bestimmung in Phthalsäureanhydrid 129.

Malonsäure, R_f-Wert 457.

Mangan, komplexometrische Bestimmung 52; polarographische Bestimmung 128; Halbstufenpotential 441; spektralanalytische Bestimmung in Duraluminium 41; im Stahl 44; spektralanalytische Erfassung bei der

Spurenanalyse 83; Spurenbestimmung mit Hilfe von Pilzkulturen 226; Bestimmung in biologischem Material 226; in Chromstahl 73; in natürlichen Wässern 291; Bestimmung von aktivem Mn in Mangelböden 374.

Mangan-äthylenbisdithiocarbaminat, Bestimmung nach der Schwefelkohlenstoffmethode 386.

Mannose, Bestimmung durch zweidimensionale Papierchromatographie 201.

Manzate, siehe Manganäthylenbisdithiocarbaminat.

MAP, colorimetrische Bestimmung neben PAS 390; siehe auch m-Aminophenol.

Marfanil, Bestimmung mit Kalignost 302.

Massenspektrometrie, Bestimmung von n- und Iso-Paraffinen 363; direkte Sauerstoffbestimmung in Kohlenwasserstoffen und Fluorkohlenstoffderivaten 362.

Meerwasser, siehe Wasser.

Mehl, colorimetrische Bestimmung kleinster Mengen HCH und DDT 206.

Mercaptoverbindungen, volumetrische Bestimmung mit seleniger Säure 155.

Mesaconsäure, R_f-Wert 457.

Messing, papierchromatographische Bestimmung von Eisen und Kupfer 456.

Metaarsenite, Infrarotspektra 121.

Metabisulfite, Infrarotspektra 121.

Metaborate, Infrarotspektra 121.

Metalle, Bestimmung in Erdölfraktionen 74; Bestimmung von nichtmetallischen Verbindungen in Metallen 72.

Metallguß, elektrolytische Cd-Bestimmung 371.

Metallkomplexonate, Verdrängungsreaktion zwischen Calcium-Ionen und Komplexonaten zur Metallbestimmung 124; siehe auch Komplexone.

Metallspuren, Bestimmung in rohem und fraktioniertem Erdöl 73; Bestimmung mit Hilfe von Pilzkulturen 226; spektralanalytische Bestimmung in Erdöl 74.

Metallsulfide, Fällung in pharmazeutischen Präparaten mit Ammoniumthiocarbaminat 388.

Metaphosphate, Anfärbung auf Filtrierpapier bei der Elektrophorese 464.

Metasilicate, Infrarotspektra 121.

Metavanadate, Infrarotspektra 121.

Methadonhydrochlorid, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

Methan, fortlaufende Bestimmung kleiner Mengen in Gasen 366.

Methionin, papierchromatographische Bestimmung 461; R_f-Wert 135.

Methionin SO, papierchromatographische Bestimmung 461.

Methionin SO_2, papierchromatographische Bestimmung 461.

Methorphinanhydrobromid, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

Methoxylbestimmung nach Zeisel, Anomalie 153.

Methylbernsteinsäure, R_f-Wert 457.

Methylester höherer Fettsäuren, Gegenstromverteilung 57.

N-Methylmethylanthranilat, chromatographische Reinigung 201.

Methylpentose, Farbreaktion 462.

Methylthiouracil, Bestimmung durch $Hg(CH_3COO)_2$ 306.

Mikroanalyse, Filtrationstechnik 367.

Mikroapparatur zur Analyse kleiner Flüssigkeitsmengen 368.

Mikropipette, selbsttätig sich einstellend 58.

Mikropyknometer, selbsttätig sich einstellend 58.

Milch, Bestimmung von Carotin und Vitamin A 217; von Riboflavin 220; von Vitamin A 217.

Milchprodukte, siehe Milch.

Milchsäure, Bestimmung in konzentriertem Getreideweichwasser 315; in biologischem Material 315; R_f-Wert 457.

Mineraldünger, Borbestimmung nach der Estermethode 404.

Mineralöle und verwandte Produkte (Zerbe) 207 [L].

Mineralwasser, siehe Wasser.

Mises au point de Chimie Analytique pure et appliquée et d'Analyse Bromatologique (Gautier) 118 [L].

Molisch-Reaktion auf Kohlenhydrate 158.

Molybdän, Bestimmung nach dem Dithiolverfahren in biologischem Material 235; papierchromatographische Bestimmung im Stahl 456; empfind-

licher spektralanalytischer Nachweis 41; spektrographische Bestimmung im Stahl 44; spektralanalytische Erfassung bei der Spurenanalyse 83; Spurenbestimmung mit Hilfe von Pilzkulturen 226; Spurenbestimmung in Silicatgesteinen 211; Bestimmung in Chromstahl 73; Bestimmung von Rhenium in Molybdänglanzkonzentraten 48.

Molybdänglanz, Bestimmung von Rhenium 151.

Molybdänoxyde, röntgenographische Identifizierung 77.

Molybdänperoxyd, papierelektrophoretische Trennung von den Peroxyden von V und Ti 455.

Molybdate, Infrarotspektra 121.

Molybdat-Ionen, Fällung durch den Zink-1,10-Phenanthrolinkomplex 57.

Monazit, Bestimmung von Thorium 99.

Monazitsand, amperometrische Bestimmung von Thorium 444.

Monelmetall, Unterscheidung von Nickelsilberlegierung durch Tüpfelreaktion 372.

Monochloressigsäure, chromatographische Trennung von Essigsäure und Dichloressigsäure 200.

Monomethylphthalat, Titration in organischen Lösungsmitteln 202.

Monophosphat, papierelektrophoretische Bestimmung 463.

Morphin, Bestimmung mit Kalignost 302; adsorptionsanalytische Bestimmung in Opium 398; Trennung von Codein mit Hilfe von Ionenaustausch 49.

Morphinhydrochlorid, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

Morphinsulfat, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

Mutterkornalkaloide, colorimetrische Bestimmung 398.

Myristinsäure, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

Nahrungsmittel, colorimetrische Bestimmung von Chromoxyd 235; siehe auch Lebensmittel.

1,5-Naphthalindisulfosäure, quantitative Bestimmung 159.

2,6-Naphthalindisulfosäure, quantitative Bestimmung 159.

2,7-Naphthalindisulfosäure, quantitative Bestimmung 159.

Naphthochinone, Reaktion mit Borverbindungen 141.

α-Naphthochinon, polarographische Bestimmung in Phthalsäureanhydrid 129.

α-Naphthol. Reagens auf Kohlenhydrate 158.

β-Naphthol, Nachweis durch Fluorescenz in konz. Schwefelsäure 158.

Narcotica, Trennung durch Ionenaustausch 49.

Narcotin, Bestimmung mit Kalignost 302; Titration 398.

Natrium, Bestimmung als Natriummagnesiumuranylacetat in biologischen Flüssigkeiten 227; als Natriumzinkuranylacetat im Serum 226; flammenphotometrische Bestimmung in Erdöl 75; in Harn 46; im Serum 48; in Serum und Harn 46; in Silicaten 373; neben K und Ca 46; neben K und Ca im Serum 47; indirekte colorimetrische Bestimmung 227.

Natrium-1-(o-arsonophenylazo-)-2-naphthol-3,6-disulfonat, Reagens auf Thorium 285.

Natriumcarbonat, Bestimmung in Schwefelnatrium 190.

Natriumdiäthyldithiocarbaminat, Reagens zur Kupferbestimmung in Boden und Pflanzenmaterial 297: in Seewasser 283; in Wasser 283.

Natrium-isoamyläthylbarbiturat, Schnellbestimmung 304.

Natrium-β-1,2-Naphthochinon-4-sulfonat, Reagens zur Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 309.

Natrium-propylmethylcarbinallylbarbiturat, Schnellbestimmung 304.

Natriumtetraphenyloborat, siehe Kalignost.

Natriumthiosulfat, Bestimmung in biologischem Material 234.

Neoantergan, Farbreaktion 392; siehe auch (Neo-)Bridal.

Neodym, R_f-Wert 454.

Neostigmin, colorimetrische Bestimmung 314.

Nichteisenlegierungen, polarographische Bestimmung von Fe 128.

Nichtmetallische Verbindungen, Bestimmung in Metallen 72.

Nichtwäßrige Lösungen, Titration von substituierten Pyrazolen mit Überchlorsäure in Eisessig 203; von Theophyllin und Theobromin in Eisessig 203.

Nickel, Tüpfelnachweis in Silberlegierungen 66; komplexometrische Bestimmung 52; papierchromatographische Bestimmung 454, 455; papierchromatographische Untersuchung 131; papierchromatographische Trennung von Cu und Co 401; R_f-Wert 453; Nachweis von Zn neben Ni durch oscillographische Polarographie 435; polarographische Bestimmung 437; Halbstufenpotential 440, 442; empfindlicher spektralanalytischer Nachweis 41; spektrographische Bestimmung im Stahl 44; in Duraluminium 41; spektralanalytische Erfassung bei der Spurenanalyse 83; spektrophotometrische Bestimmung in Eisenerzen 373; Trennung von Fe, Cu, Mg durch Ionenaustausch 35; Bestimmung in biologischem Material 226; in Chromstahl 73; in Erdöl 74, 75.

Nickellegierungen, polarographische Bestimmung von Titan 127.

Nickelsilberlegierungen, Unterscheidung von Monel-Metall durch Tüpfelprobe 372.

Nicorine, siehe Nicotinsäurediäthylamid.

Nicotin, Fällung mit Kieselwolframsäure 399; gravimetrische Bestimmung als Nicotinpikrat im Tabak 398.

Nicotinsäure, Nachweis und Bestimmung 396; Farbreaktion zur Erkennung in der Papierchromatographie 463; colorimetrische Bestimmung 396.

Nicotinsäureamid, Nachweis mit Kaliumwismutjodid oder -bromid 397.

Nicotinsäurediäthylamid, Nachweis 396.

Nicotinsäuregruppe, Analytik 397.

Nicotinsäureoxymethylamid, Nachweis 397.

Nicotinylamino-1,2-diphenyläthan, Nachweis 397.

Niketamid, siehe Nicotinsäurediäthylamid.

Niob, Trennung von Wolfram 24.

Niob(V)-chlorid, Löslichkeit in CCl_4 26.

Nitrat, Nachweis neben Hyponitrit, α-Oxyhyponitrit und Nitrit durch UV-Absorption 147; colorimetrische Bestimmung 148; in Körperflüssigkeiten 232; in Pflanzenmaterial nach Reinigung mit Ionenaustauscher 376; photometrische Reihenbestimmung in festen Stoffen 147; polarographische Bestimmung in Wasser 438; in Meerwasser 439.

Nitrate, Infrarotspektra 121.

Nitrile, Farbreaktion 154.

Nitrit, Nachweis neben Hyponitrit, α-Oxyhyponitrit und Nitrat durch UV-Absorption 147; Nachweis im Harn 232; amperometrische Bestimmung 445.

Nitrite, Infrarotspektra 121; colorimetrische Nitratbestimmung in organischen Nitriten 148.

5-Nitro-2-furaldehydsemicarbazon, siehe Nitrofurazon.

Nitrofurazon, Bestimmung 300.

p-Nitrophenol, Hydrierung 59.

Nitrophenole, Prüfung der Isomeren durch oscillographische Polarographie 436.

Nitrosoverbindungen, colorimetrische Nitratbestimmung 148.

Novocain, Bestimmung mit Kalignost 302.

Nucleinphosphorsäure, colorimetrische Bestimmung 211.

Nucleinsäurederivate, papierchromatographische Trennung 138.

Nucleoside, papierchromatographische Bestimmung 130; papierchromatographische Trennung von Pyrimidinen und Purinen 136.

Nucleotide, papierchromatographische Bestimmung 130.

Nylon, Wasserbestimmung mit dem Karl-Fischer-Reagens 296.

Octadecadiensäurehydroperoxyd, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

Octadecensäurehydroperoxyd, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

Öl, Feststellung der Identität 377; Bestimmung von Wasserspuren 296; Feuchtigkeitsbestimmung mit dem Karl-Fischer-Reagens 295.

Ölsäure, Titration in organischen Lösungsmitteln 202; Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

Opium, chromatographische Bestimmung von Morphin 398.

Orangenschalen, infrarotspektrometrische Bestimmung von Diphenyl 122.

Organische Industrieabwässer, siehe Wasser.

Organische Säuren, Extraktionsapparate zur Bestimmung 369.

Organische Stickstoffverbindungen, Arsenbestimmung 61.

Organische Verbindungen, Elementaranalyse und Isotopenmessung 59; Bestimmung von Halogen 61.

N-(2-Oxäthyl)-N-methylpiperidiniumbromidester der 1-Benzoylcyclopropancarbonsäure, colorimetrische Bestimmung 313.

Oxalat, Titration mit Permanganat 364.

Oxalsäure, Bestimmung in Pflanzen 376.

m-Oxybenzoesäure, papierchromatographische Bestimmung 133; Fällung von Thorium 147.

p-Oxybenzoesäure, papierchromatographische Bestimmung 133.

o-Oxychinolinsulfat, Trennung von Sulfanilamid 395.

Oxychinone, Reaktionen mit Borverbindungen 140.

17-Oxycorticosteroide, Bestimmung von freien und gebundenen im Harn 318.

α-Oxyhyponitrit, Nachweis neben Hyponitrit, Nitrit und Nitrat durch UV-Absorption 147.

Oxyprolin, papierchromatographische Bestimmung 461.

12-Oxystearinsäure, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

Ozon, Konstruktion und Wirkungsweise eines Analysators 62; colorimetrische Bestimmung mit o-Tolidin in Wasser 286; jodometrische Bestimmung in Trinkwasser 286; potentiometrische Bestimmung in der Luft 62; in Trinkwasser 286.

Palladium, Erfassung bei der Spurenanalyse 83.

Palmitinsäure, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

Pantocain, Bestimmung mit Kalignost 302.

Papaverin, Fällungsreaktion 398; Bestimmung mit Kalignost 302; Titration 398.

Papaverinhydrochlorid, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

Papierchromatographie, Theorie 452; Übersicht 130; Anwendung zur Beurteilung des Reaktionsverlaufs bei Hydrierungen 320; Auswertung von Flecken farbloser, im UV-Licht kräftig absorbierender Verbindungen 452; Verknüpfung der Zirkularmethode und Streifenmethode 134; Verwendbarkeit von mit Salzen imprägniertem Papier 131; Verwendung des Benzidinreagenses 131; leicht herstellbarer Zerstäuber 130; Isolierung von Bor aus Mineralwasser 452; Bestimmung von Cu und Fe in Messing 456; von Metallen 131; von Molybdän in Stahl 456; von Nickel 455; von Ag, Pb, Hg, Cd, Bi, Zn, Co und Ni 454; von V neben viel Ti 455; Trennung von anorganischen Kationen auf imprägniertem Papier 453; Trennung der seltenen Erden 454; Trennung von Cu, Ni und Co 401; von Hg, Ag und Pb 401; Bestimmung von Aminosäuren im Harn 135; im menschlichen Liquor 135; schnelle Identifizierung von Aminosäuren 133; Trennung der Aminosäuren 458, 461; an imprägniertem Papier 459, 460; Trennung der Aminosäuren im Liquor cerebrospinalis 461; Bedeutung von Kupferspuren bei der Trennung von Aminosäuren 134; Anwendung der zirkulären und zweidimensionalen Trennung von Aminosäuren im Urin 460; Verhalten der Aminosäuren 452; Farbreaktion von Nicotinsäure und Isonicotinsäure 463; Identifizierung von Cumarinen und Zimtsäurederivaten 463; von organischen Säuren 457; Nachweis von primären, sekundären und tertiären Aminen in Pflanzen 458; Sprühreagens zum Nachweis reduzierender Zucker 462; Bestimmung von Phenolen, Phenolsäuren und Derivaten in Serum und Harn 133; Bestimmung von Thiamin 137; von Vitamin D_3 in Vollmilch 224; Studien des Stoffwechsels von Bakterien 133; Trennung von Aldrin und Dieldrin 385; von Alkylpyridinen 462; von höheren gesättigten Fettsäuren 458; von Nucleinsäurederivaten 138; von Purinen, Pyrimidinen, Nucleosiden 136; von Tocopherolgemischen

137, 138; Untersuchung von Diabetikerharn und Glucose 132; zweidimensionale Papierchromatographie, Verwendung „eindimensionaler" Geräte 201; Bestimmung von Zuckern 201.

Papierelektrophorese, Anfärbung von Phosphaten und Metaphosphaten 464; Trennung der Peroxyde von Ti, V und Mo 455; Trennung von Phosphaten 463; Trennung von Lysin, Leucin und Glutaminsäure an Carboxylpapier 460; Auswertung von Eiweißpherogrammen 139; Serumproteinanalyse 464; Trennung von Aminosäuren an imprägniertem Papier 459; Untersuchung von Arzneimittelgemischen und Urtinkturen 138.

Iso-Paraffine, massenspektrometrische Bestimmung in Kohlenwasserstoffgemischen 362.

n-Paraffine, massenspektrometrische Bestimmung in Kohlenwasserstoffgemischen 362.

Paraffinöl, Wasserbestimmung 376.

PAS, colorimetrische Bestimmung neben MAP 390; siehe auch p-Aminosalicylsäure.

Pektin, colorimetrische Bestimmung mit Carbazol 213

Peloide, siehe Torf.

Penicillin, Untersuchung der Zersetzung durch oscillographische Polarographie 436.

Pentose, Farbreaktion 462.

Pentosen, Farbreaktion mit Anthron 157.

Peptide, Papierchromatographie 130.

Perborate, Infrarotspektra 121.

Percain, Bestimmung durch Trübungsmessung 303.

Perchlorate, Infrarotspektra 121.

Perchlorsäure, Oxydation von Chrom 149.

Perforationsapparat zur Extraktion wäßriger Lösungen 370.

Perjodate, Infrarotspektra 121.

Permanganat, Schwefelsäurekonzentration bei der Oxalattitration 364.

Permanganate, Infrarotspektra 121.

Permanganat-Zeit-Test zur Äthylalkoholqualitätskontrolle 212.

Peroxyde, organische, Bestimmung nach der Dead-stop-Methode 155.

Persulfate, Infrarotspektra 121.

Pethidinhydrochlorid, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

Petroläther, Wasserbestimmung 376.

Petroleumfraktionen, Dichtebestimmung 73.

Petroleumsulfonate, amperometrische Schnellbestimmung von Sulfit und Sulfat 446.

Pflanzenextrakte, Analyse von Zuckern durch Ionenaustauschchromatographie 49; Nachweis und Bestimmung steroider Saponine 304.

Pflanzengewebe, qualitativer Zinknachweis 298; colorimetrische Mikrobestimmung von 3-(p-Chlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff 385.

Pflanzenmaterial, papierchromatographischer Nachweis von primären, sekundären und tertiären Aminen 458; Bestimmung von Bor 209, 320, 414, Indol-3-essigsäure 319; Kupfer 297; Schwefel 299; Oxalsäure 377; flammenphotometrische Kaliumbestimmung 47; komplexometrische Bestimmung von Calcium 363; von Ca und Mg 54; Magnesium 363; polarographische Bestimmung von Cu und Zn 441; turbidimetrische Bestimmung von Ca 298.

p_H-Messung, colorimetrische Bestimmung in stark alkalischen Lösungen 50; Verwendung der Antimonelektrode 50.

p_H pondéré, p_H-Wert nicht rein wäßriger Lösungen 51.

p_H-Wert, Berechnung des p_H-Wertes einer Salzlösung 50; Kennzeichnung in nicht rein wäßrigen Lösungen 51.

Pharmazeutische Präparate, Bestimmung von Ca 125; Fällung von Metallsulfiden 388; flammenphotometrische Alkalibestimmung 45; polarographische Ascorbinsäurebestimmung 443; UV-spektrophotometrische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 310.

Pharmazeutische Produkte, Bestimmung von Vitamin D 223; amperometrische Bestimmung von Schwermetallen 447; Wasserbestimmung nach Karl Fischer 388.

Phenacetin, papierelektrophoretische Trennung von Antipyrin und Pyramidon 139.

Phenadoxonhydrochlorid, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

Phenergan, Farbreaktion 392; siehe auch Atosil.

Phenol, papierchromatographische Bestimmung 133.

Phenole, Farbreaktion mit Lignin 395; Identifizierung in Schieferöl 212; Bestimmung mit 2,4-Dinitrofluorbenzol 183; papierchromatographische Bestimmung in Harn und Serum 133.

o-alkylierte Phenole, Analyse von Gemischen mit p-Isomeren durch UV-Absorption 158.

p-alkylierte Phenole, Analyse von Gemischen mit o-Isomeren durch UV-Absorption 158.

Phenolsäuren und Derivate, papierchromatographische Bestimmung in Serum und Harn 133.

Phenothiazin, Farbreaktion mit Lignin 395.

α-Phenyläthylphenole, Untersuchung mit Hilfe der UV-Absorption 158.

Phenylalanin, Bestimmung in Eiweißhydrolysaten 240; papierchromatographische Bestimmung 461; R_f-Wert 135.

Phenylessigsäure, Reagens auf Thorium 97.

Phenylquecksilberverbindungen, colorimetrische Bestimmung in Schädlingsbekämpfungsmitteln 386; Trennung von Äthylquecksilberverbindungen 387.

Phosphat, colorimetrische Bestimmung in Düngemitteln 297; komplexometrische Bestimmung im Blutserum 364; Bestimmung von anorganischen Phosphaten im Serum 234; in Serum, Urin und Stuhlasche 233; Bestimmung von primärem Phosphat im Harn 234.

Phosphate, Anfärbung von Phosphaten und Metaphosphaten auf Filtrierpapier 464; Infrarotspektra 121; papierelektrophoretische Trennung 463.

Phosphatglas, papierelektrophoretische Bestimmung von P_2O_5 463.

Phosphatide, Papierchromatographie 130.

Phosphatidphosphorsäure, colorimetrische Bestimmung 211.

Phosphit, spektrophotometrische Mikrobestimmung 148.

Phosphor, colorimetrische Mikroschnellbestimmung in biologischem Material 233; spektrographische Bestimmung in Schmiermaterialien 44; Bestimmung des organisch gebundenen Phosphors im Meerwasser 294; Bestimmung des säurelöslichen Phosphors 210.

Phosphorsäure, colorimetrische Bestimmung 210; in Baumwollsaat 210; siehe auch Phosphatid- und Phytinphosphorsäure, Nucleinphosphorsäure und Kohlenhydratesterphosphorsäure.

Phthalsäure, polarographische Bestimmung in Benzoesäure 129.

Phthalsäureanhydrid, Titration in organischen Lösungsmitteln 202; polarographische Bestimmung von Maleinsäureanhydrid und Naphthochinon in Phthalsäureanhydrid 129.

Physostigmin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Phytinphosphorsäure, colorimetrische Bestimmung 211.

Pillen, Bestimmung von Bromoform 301.

Pilocarpin, Bestimmung mit Kalignost 302; quantitative Bestimmung durch Fällung als Reinecke-Salz 398.

Piperonylaldehyd, Reagens zur Bestimmung von Cyclohexanon 38.

Plasma, Eisenbestimmung 239; potentiometrische Mikrobestimmung von Chor 236; siehe auch biologisches Material.

Platin, spektralanalytische Erfassung bei der Spurenanalyse 83.

Polamidon, Analytik 305; Nachweis in biologischem Material 306; im Harn 306.

Polarimetrie, siehe Amperometrie.

Polarogramme, Eigentümlichkeiten oscillographischer Polarogramme 433.

Polarographie, Kathodenstrahlpolarograph 433; neuer Polarograph 434; Analyse strömender Lösungen 436; Analyse von Pyrrhotin 439; oscillographische polarographische Analyse 435; Eigentümlichkeiten oscillographischer Polarogramme 433; rotierende Silberamalgamelektrode 434; Bestimmung von Aluminium 447; von Pb, Zn, Cu und Cd 126; von Cadmium und Kobalt(III) an der rotierenden Silberamalgamelektrode 435; von Calcium 124; von Cr, Ni und Co 437; von sechswertigem Chrom neben Eisen-

(III) 434; von Eisen in Nichteisenlegierungen 128; von Fe und Mn 128; von In in Cd-haltigen Zinkerzen 435; von Jod, Jodid und Hypojodit 438; von Kalium 124; von Kupfer in Wein 442; von Cu und Zn in Pflanzenmaterial und Boden 441; von Nitrat in Wasser 438; von Sauerstoff 123; von Schwefeldioxyd in Maisquellwasser 437; von Schwefelkohlenstoff in Luft durch oscillographische Polarographie 436; von H_2S, SO_2 HCN und O durch oscillographische Polarographie 436; von Sulfat und Barium mit Hilfe von Komplexon 127; von Zn in Insulin 443; von Zink, Kobalt und Kupfer mit Hilfe von Komplexonaten 124; von Zn und Pb in lothringischen Eisenerzen 374; Bestimmung der Verunreinigungen in metallischem Calcium 440; in Quecksilber durch oscillographische Polarographie 436; Trennung von Zn und Ni 435; Verdrängung von Metallen aus den Komplexonaten durch Ca 124, 125; Bestimmung von Ascorbinsäure in pharmazeutischen Präparaten 443; in Ascorbigenkonzentraten 443; Bestimmung von Aureomycin 129; von γ-HCH 383; von Maleinsäureanhydrid und Naphthochinon in Phthalsäureanhydrid 129; von Phthalsäure in Benzoesäure 129; von Riboflavin 442; von Vitamin B_1 442; Reinheitsbestimmung der isomeren Dinitrophenole durch oscillographische Polarographie 436; Verhalten des Isonicotinsäurehydrazids 444; Untersuchung der Zersetzung des Penicillins durch oscillographische Polarographie 436.

Polarography (Kolthoff-Lingane) 198 [L].

Polyäthylenglykol 400, Schutzkolloid bei der argentometrischen Titration von Chlor-Ion 56.

Polymetaphosphat, papierelektrophoretische Bestimmung 463.

Polyvinylpyrrolidonpräparate, Wertbestimmung 80.

Praseodym, R_f-Wert 454; Trennung von Lanthan aus homogener Lösung 144.

Pregnandiol, Bestimmung nach Oxydation 318.

Procain, Bestimmung durch Trübungsmessung 303; colorimetrische Bestimmung 313.

Procainglucosid, Eigenschaften und Bestimmung 303.

α-Prodinhydrochlorid, Bestimmung durch Ionenaustausch 49.

Prolin, papierchromatographische Bestimmung 461.

Prominal, gravimetrische Bestimmung 303.

Propionsäure, R_f-Wert 457.

Propylenoxyd, Nachweis 154.

Propylthiouracil, Bestimmung durch $Hg(CH_3COO)_2$ 306.

Proteine, Papierchromatographie 130.

Purinbasen, papierchromatographische Bestimmung 130.

Purine, papierchromatographische Trennung von Pyrimidinen und Nucleosiden 136.

Purpureaglucosid A, fluorimetrische Bestimmung 394.

Purpurin, siehe Zirkonoxychlorid-Purpurin-(1,2,4-Trioxyanthrachinon)-Farblack.

Pyramidon, Bestimmung mit Kalignost 302; papierelektrophoretische Trennung von Antipyrin und Phenacetin 139; Trennung von anderen Antipyreticis 395.

Pyrethrin, quantitativer Nachweis 214.

Pyribenzamin, Farbreaktion 392, Nachweis 391.

Pyridin, Bestimmung mit Bromcyan im Abwasser 293.

Pyridinbasen, Bestimmung mit Bromcyan im Abwasser 293.

Pyridine, Identifizierung in Schieferöl 212; siehe auch Alkylpyridine.

Pyrimidinbasen, papierchromatographische Bestimmung 130.

Pyrimidine, papierchromatographische Trennung von Purinen und Nucleosiden 136.

Pyrit, amperometrische Schwefelbestimmung 445.

Pyrrhotin, polarographische Analyse 439.

Pyrrolderivate, Farbreaktion mit Lignin 395.

Pyrrole, Identifizierung in Schieferöl 212.

Pyrrolstickstoff, Bestimmung in Erdöldestillaten 77.

Quantitative anorganische Analyse in der Technik (Specht) 208 [L].

Quantometer, Anwendung zur Produktionskontrolle von Edelstählen 43.

Quaternäre Ammoniumverbindungen, colorimetrische Bestimmung 313; Bestimmung im Harn 314.

Quecksilber, komplexometrische Bestimmung 52; papierchromatographische Bestimmung 401, 454; R_f-Wert 402; colorimetrische Bestimmung in Luft und Harn 230; Bestimmung von Spuren im Harn 229; von metallischen Verunreinigungen durch oscillographische Polarographie 436.

Quecksilber(II), mikroanalytische amperometrische Bestimmung 447.

Radix Ipecacuanhae, titrimetrische Bestimmung der Gesamtalkaloide 312.

Raffinose, Bestimmung in Pflanzenextrakten durch Ionenaustauschchromatographie 49.

Ramanspektroskopie, Anwendung 123; Untersuchung von Baumwollöl, Holzöl und Sojabohnenöl 123.

Raps, Borgehalt 416.

Rauchgase, Bestimmung von CO_2 366.

Rebstock, Borgehalt 416.

Rhenium, colorimetrische Bestimmung in Naturstoffen (Molybdänglanz) 151, 152; Trennung von Mo durch Ionenaustausch, Bestimmung in Molybdänglanzkonzentraten 48.

Rhodanid, colorimetrische Bestimmung 283; im Blut 232; Infrarotspektra von Rhodaniden 121.

Riboflavin, polarographische Bestimmung 442; Bestimmung in Milch 220.

Ricinolsäure, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.

Rivanol, Bestimmung mit Kalignost 302.

Röntgenographie, Bestimmung von Schwefel in Petroleumdestillaten 211; Identifizierung von Wolfram- und Molybdänoxyden 77.

Rohfaser, Bestimmung 348; Gehalt verschiedener Pflanzenprodukte an Rohfaser 354.

Rotenon, infrarotspektrophotometrische Bestimmung 386.

Rutin, Wasserbestimmung 399.

Saccharose, Farbreaktion 462; Bestimmung in Pflanzenextrakten durch Ionenaustauschchromatographie 49.

Safroloxyd, Nachweis 155.

Salicylamid, Papierchromatographische Bestimmung 133.

Saligenin, papierchromatographische Bestimmung 133.

Salipyrin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Samarium, R_f-Wert 454.

Santonin, colorimetrische Bestimmung in Drogen 304.

Saponine, steroide, Nachweis durch Hämolyse in Pflanzenextrakten 304.

Sauerstoff, Spurenbestimmung durch oscillographische Polarographie in Gasgemischen 436; colorimetrische Bestimmung mit o-Tolidin in Wasser 285; jodometrische Bestimmung im Wasser 285; polarographische Bestimmung des biochemischen Verbrauchs in Abwässern 123; Bestimmung in Gemischen von Stickstoffoxyden 366; massenspektrometrische Bestimmung in Kohlenwasserstoffen und Fluorkohlenstoffderivaten 362; Bestimmung des Verbrauchs von Abwässern 287.

Schädlingsbekämpfungsmittel, Bestimmung von Manzate 386; Bestimmung von Phenyl- und Äthylquecksilberverbindungen 386; infrarotspektrophotometrische Bestimmung von Rotenon und Dihydrorotenon 386; papierchromatographische Trennung von Aldrin und Dieldrin 385; Trennung von Phenyl- und Äthylquecksilberverbindungen 387; siehe auch Fungicide, sowie Herbicide und Insecticide.

Schalteröl, Bestimmung von Wasserspuren 296.

Schieferöl, Identifizierung von sauerstoff- und stickstoffhaltigen Verbindungen 212.

Schmiermaterialien, spektrographische Bestimmung der gelösten Metalle 44; von P, Zn, Ca, Pb, Ba, Cu und Fe 44; Eisenbestimmung 44; Feuchtigkeitsbestimmung mit dem Karl-Fischer-Reagens 295.

Schutzgas, Flasche zur Titration unter Schutzgas 204.

Schwefel, amperometrische Bestimmung von organisch gebundenem S 448; in Pyrit 445; Gesamtschwefel-

bestimmung durch reduktiven Aufschluß 419; Bestimmung gleichzeitig mit C und H in organischen Substanzen 60; Bestimmung in organischen und anorganischen Stoffen 427; in Petroleumdestillaten mit Hilfe der Röntgenstrahlenabsorption 211; in Pflanzenmaterial 299; im Stahl 70.

Schwefeldioxyd, Bestimmung in der Luft 62, 436; polarographische Kontrolle des Gehaltes in Maisquellwasser 437.

Schwefelkohlenstoff, colorimetrische Bestimmung 272; Bestimmung in Luft durch oscillographische Polarographie 436.

Schwefelnatrium, Bestimmung von Natriumcarbonat in Na_2S 190.

Schwefelwasserstoff, Bestimmung durch oscillographische Polarographie in Luft 436

Schwermetalle, acidimetrische Bestimmung nach Ionenaustausch 36.

Scandium, R_f-Wert 454.

Scopolamin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Scopolaminhydrobromid, infrarotanalytische Bestimmung 310.

Seewasser, siehe Wasser.

Selenate, Infrarotspektra 121.

Selenite, Infrarotspektra 121.

Seltene Erden, komplexometrische Bestimmung 52; papierchromatographische Trennung 454; gravimetrische Bestimmung in Mg-Legierungen 67.

Serin, papierchromatographische Bestimmung 461; R_f-Wert 135; gleichzeitige Bestimmung mit Threonin 315.

Serum, elektrophoretische Analyse 464; flammenphotometrische Ca-Bestimmung 48; von Natrium 46; Na- und K 48; von Na, K und Ca 47; colorimetrische Bestimmung von Ca 229; von anorganischem Phosphat 233; von Kupfer 228; von Eisen 239; von eiweißgebundenem Jod 237; Bestimmung von Dextran 239; vom Gesamtbilirubin 319; von Thiamin und Thiaminphosphat 219; von Tocopherol 225; der Vitamin B_{12}-Aktivität des menschlichen Serums 221; siehe auch biologisches Material.

Serumeiweiß, Bestimmung der Kohlenhydrate 239.

Silagegut, Wasserbestimmung 79.

Silber, spektralanalytische Erfassung 83; papierchromatographische Bestimmung 401, 454; R_f-Wert 402; mikroanalytische amperometrische Bestimmung in pharmazeutischen Produkten 447.

Silberlegierungen, Nachweis der Begleitmetalle durch Tüpfelreaktionen 66.

Silicate, Analyse 373; Bestimmung von K, Na, Ca, Fe, Ti, SiO_2, Al, Ca + Mg 373; von Mo-Spuren 211.

Silicium, spektralanalytische Bestimmung in Duraluminium 41; spektrochemische Bestimmung in Gußeisen 43; in Stahl 44.

Silicofluoride, Infrarotspektra 121.

Sintesi ed Applicazioni dei Reagenti organici nell'analisi chimica III (Reiner) 197 [L].

Sirup, Bestimmung von Bromoform 301.

Sojabohnenöl, Untersuchung mit Infrarot-, Ultraviolett- und Ramanspektroskopie 123.

Sole, Jodbestimmung 291.

Soventol, Nachweis 391.

Spartein, Abtrennung von anderen Alkaloiden 311.

Spektralanalyse, „Linienabhebung" in der qualitativen Analyse 40; photoelektrischer Adapter für Spektrographen 41; Reinigung der Elektroden aus Spektralkohle 41; Anwendung poröser Elektroden zur Alkalibestimmung 45; des Quantometers zur Produktionskontrolle von Edelstählen 43; empfindlicher Nachweis von Ni, Co, Zn und Mo 41; Vereinheitlichung der Analyse niedrig legierter Stähle 43; Untersuchung von Cu-Al-Zn-Legierungen 42; Analyse von Al- und Mg-Legierungen sowie reinem Mg 42; von Duraluminium 41; von Gußeisen 43; Bestimmung von Metallspuren in Erdöl 74; von Metallen in Schmiermaterialien 44; von Eisen in gebrauchtem Schmieröl 44; von Si in Gußeisen 43; von Si, Mn, Cr, Mo, Ni im Stahl 44; Wismut in Blei 42.

Spurenanalyse, Koinzidenzen von Spektrallinien 85; Vorbereitung der Probe 81; von Gesteinen und Bodenproben 81; Bestimmung von Mo in Silicatgesteinen 211; von Kobalt in biologischem Material 300; von Cu, Zn, Fe, Mn und Mo mit Hilfe von Pilzkulturen 226.

Spurenmetalle, Anreicherung 82.
Stachyose, Bestimmung in Pflanzenextrakten durch Ionenaustauschchromatographie 49.
Stadtgas, Analyse 63.
Stahl, Vereinheitlichung der spektrographischen Analyse 43; Bestimmung von Aluminium mittels partieller Fällung und ferromagnetischer Sedimentation 40; von Stickstoff und Schwefel 70, 71; von Zirkonium 72; polarographische Bestimmung von Titan 127; papierchromatographische Bestimmung von Molybdän 456; spektrographische Bestimmung von Si, Mn, Cr, Ni, Mo 44; siehe auch Chromstähle, sowie Edelstähle.
Stearinsäure, Methylester, Untersuchung der Gegenstromverteilung 57.
Sterine, papierchromatographische Trennung 130.
Stickoxyd (NO), Bestimmung in Gemischen 366.
Stickstoff, Bestimmung im Stahl 70, 71; in niedrig legierten Stählen 71; in Erdöl und Erdölprodukten 75.
Stickstoffdioxyd (NO_2), Bestimmung in Gemischen 366.
Stickstoffhaltige Arzneimittel, Bestimmung mit Kalignost 302.
Stickstoffhaltige Verbindungen, Infrarotspektra 121.
Stilben, Hydrierung 59.
Streptomycin, colorimetrische Bestimmung 400.
Strontium, komplexometrische Bestimmung 52; polarographische Bestimmung von Ca neben Sr 125.
Strychnin, Fällungsreaktion 398; Bestimmung mit Kalignost 302; quantitative Bestimmung durch Fällung als Reinecke-Salz 398.
Stuhlasche, colorimetrische Bestimmung von anorganischem Phosphat 233.
Styroloxyd, Nachweis 155.
Sulfanilamid, Trennung von o-Oxychinolinsulfat 395.
Sulfat, polarographische Bestimmung mit Hilfe von Komplexon 127; Infrarotspektra von Sulfaten 121; Bestimmung in Chromaten und Dichromaten 429; Genauigkeit der Bestimmung in Chromat 430, 432; Bestimmung in Petroleumsulfonaten 446; Entfernung störender Ionen durch Austausch an Alginsäure 34.
Sulfid, Genauigkeit der Bestimmung mit Dichromat 426.
Sulfit, Infrarotspektra 121; Bestimmung im Kesselwasser durch Oxydation mit Chromat 288 amperometrische Bestimmung in Petroleumsulfonaten 446.
Sulfonamide, papierelektrophoretische Trennung 139; Gehaltsbestimmung 306.
Synopen, Nachweis 391.
„Systox", Insecticid, infrarotspektroskopische Bestimmung 276.

Tabak, Nicotinbestimmung 398.
Tantal, Trennung von Wolfram 24.
Tantal(V)-chlorid, Löslichkeit in CCl_4 26.
Tartronsäure, R_f-Wert 457.
Taurin, papierchromatographische Bestimmung 461.
Ternäre Gemische. Analyse von Essigsäure-Wasser-Dimethylanilingemischen 367.
Terpenchemie, Verbesserung der chromatographischen Technik zur Trennung der Terpene 200.
Tetraborate, Infrarotspektra 121.
Tetrabromphenolphthaleinäthylester, Reagens zur colorimetrischen Eiweißbestimmung 314.
Tetrachlorkohlenstoff, Wasserbestimmung 376.
Tetrahydrofurfurylnicotinsäureester, Nachweis 397.
Tetrametaphosphat, papierelektrophoretische Bestimmung 463.
Tetramethylammonium, colorimetrische Bestimmung 314.
Tetraphosphat, papierelektrophoretische Bestimmung 463.
Thallium, Spektralanalytische Erfassung 83; colorimetrische Bestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 145.
Thallium(I). coulometrische Titration 450.
Thenylen, Farbreaktion 392.
Theobromin, Titration in Eisessig 203.
Theophorin, Nachweis 391; Farbreaktion 392.
Theophyllin, Titration in Eisessig 203.
Thiamin, papierchromatographische Bestimmung 137; Bestimmung als Thiochrom 219; Bestimmung in kleinen Blutmengen und Erythrocyten 218; siehe auch Vitamin B_1.

Thiaminphosphat, Bestimmung in kleinen Blutmengen und Erythrocyten 218.

Thiochrommethode, Bestimmung von Vitamin B_1 219.

Thioharnstoffe, papierchromatographische Trennung 462.

2-Thio-4-methyluracil, volumetrische Bestimmung mit seleniger Säure 155.

Thiosulfat, coulometrische Bestimmung 449; Infrarotspektra von Thiosulfaten 121.

Thiouracil, volumetrische Bestimmung mit $Hg(CH_3COO)_2$ 306.

Thorium, Fällungsreaktionen 147; Einfluß der Acidität auf die Fällung 98; amperometrische Titration mit Ammoniummolybdatlösung 444; Bestimmung mit Phenylessigsäure 97; Bestimmung in Magnesiumlegierungen 67; in Monazit 99; in Wasser 284; Trennung von den Ceriterden 98.

Threonin, gleichzeitige Bestimmung mit Serin 315.

Thymidin, R_f-Wert 136.

Thymin, R_f-Wert 136.

Tierische Produkte, Borsäurebestimmung 320.

Tinctura Ipecacuanhae, titrimetrische Bestimmung der Gesamtalkaloide 312.

Titan, volumetrische Bestimmung mit Eisen(III)-chlorid 146; colorimetrische Bestimmung in Erdöl 75; in Silicaten 373; in Tonen und feuerfesten Stoffen 86; Polarographische Bestimmung in Stahl und Nickellegierungen 127; papierchromatographische Bestimmung von Vanadium neben viel Titan 455.

Titanperoxyd, papierelektrophoretische Trennung von den Peroxyden von V und Mo 455.

Titration in wasserfreiem Medium, Bestimmung der Antihistaminverbindungen in Eisessig 392; siehe auch nichtwäßrige Lösungen.

Tocopherol, chromatographische Bestimmung im Serum 225; papierchromatographische Trennung und Nachweis in Gemischen 137.

Toluol, Wasserbestimmung 376.

Torf, Untersuchung im Hinblick auf seine balneotherapeutische Verwendung 1.

Toxaphen, infrarotspektroskopischer Nachweis 122.

Traité pratique d'analyse par voie sèche Bd. III (Granderye) 198 [L].

Transformatorenöl, Bestimmung von Wasserspuren 296.

Triäthylenglykol, Isolierung aus Mischungen mit Wasser und Glycerin 212.

Triaminoguanidinsalze, Identifizierung mittels des Debye-Scherrer-Diagramms 156.

Tricarballylsäure, R_f-Wert 457.

N-Trichlormethylthiotetrahydrophthalimid, colorimetrische Bestimmung 385.

2,4,5-Trichlorphenoxyessigsäure, Herbicid, Bestimmung neben anderen Herbiciden 379.

Trimetaphosphat, papierelektrophoretische Bestimmung 463.

Trinkwasser, siehe Wasser.

Trinkweine, Glyceringehalt 269.

Triphosphat, papierelektrophoretische Bestimmung 463.

Trithiokohlensäure, analytische Verwendung 19.

Tryptophan, papierchromatographische Bestimmung 461; R_f-Wert 135.

d-Tubocarin, colorimetrische Bestimmung 314.

Turbidimetrie, Bestimmung von Calcium 298; von Lokalanästheticis 303.

Tutocain, Bestimmung durch Trübungsmessung 303.

Tyrosin, papierchromatographische Bestimmung 461.

Ultrarotspektrographie, Bestimmung von Cholin und Acetylcholin 314; siehe auch Infrarotspektrographie.

Uracil, R_f-Wert 136.

Uran, coulometrische Titration 450.

Uran(IV), coulometrische Titration mit Cer(IV) 451.

Uridin, R_f-Wert 136.

Urin, polarographische Bestimmung von Ca 126; potentiometrische Mikrobestimmung von Chlor 236; Bestimmung von Gold 228; von anorganischem Phosphat 233; von Dextran 239; Trennung und Identifizierung von Aminosäuren 460; siehe auch biologisches Material, sowie Harn.

Uronsäure, Farbreaktion 462.

Urotropin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Urtinkturen, (pharmazeutische), papierelektrophoretische Untersuchung 138.

Valeriansäure, R_f-Wert 457.

Valin, Identifizierung 133; papierchromatographische Bestimmung 461; R_f-Wert 135.

Vanadat-Ionen, Fällung und Bestimmung durch den Zink-1,10-Phenanthrolinkomplex 57.

Vanadinperoxyd, papierelektrophoretische Trennung von den Peroxyden Ti und Mo 455.

Vanadium, spektrophotometrische Erfassung 83; colorimetrische Bestimmung in Erdöl 74, 75; papierchromatographische Bestimmung neben großen Titanmengen 455.

Vanillin-Heliotropinmischungen, Nachweis von Heliotropin 189.

Veratrin, Bestimmung mit Kalignost 302.

Vitamin A, spektrophotometrische Bestimmung 216; chemische Bestimmung mit elektrophilen Metallhalogeniden 161, 173; in Fischleberölen 215; in Lebens- und Futtermitteln 216; in Milch- und Fettprodukten 217; in Milchprodukten 217.

Vitamin B_1, polarographische Bestimmung 442; Bestimmung nach der Thiochrommethode 219; siehe auch Thiamin.

Vitamin B_2, siehe Riboflavin.

Vitamin B_{12}, spektrophotometrische Bestimmung 221; mikrobiologische Bestimmung 221; Bestimmung in Leberkonzentraten 220; Aktivität im menschlichen Serum 221.

Vitamin C, Gesamtbestimmung nach Reduktion mit Thioacetamid 222; siehe auch Ascorbinsäure.

Vitamin D, chemische Bestimmung in Lebensmitteln und pharmazeutischen Produkten 223.

Vitamin D_3, papierchromatographische Bestimmung in homogenisierter Vollmilch 224.

Vitamin E, Bestimmung im Blutplasma 225; siehe auch Tocopherol.

Vitamine, papierchromatographische Trennung 130.

Vollmilch, homogenisiert und vitaminiert, Bestimmung von Vitamin D_3 224.

Wasser, Untersuchungsmethoden von organischen Industrieabwässern 292; Zusammenstellung der analytischen Untersuchungsmethoden 282; Darstellung der Analysenwerte 282; papierchromatographische Isolierung und colorimetrische Bestimmung von Bor 452; komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg 54; des Restchlors in Abwasser von Metallverarbeitungsbetrieben 290; Bestimmung von freiem Chlor 289; colorimetrische Bestimmung von Chlorid 291; mercurimetrische Bestimmung kleiner Chloridmengen in Kondenswasser 290; Bestimmung von Cyanid und Rhodanid 283; colorimetrische Bestimmung von Eisen 292. Fluoridbestimmung im Trinkwasser 289; Fluoridbestimmung mit Thoriumnitrat 288; colorimetrische Fluorbestimmung 289; komplexometrische Härtebestimmung 52, 363; in Kühlwasser 363; einfache Bürette zur Härtebestimmung mit Seifenlösung 282; Jodbestimmung 291; Bestimmung von Kieselsäure mit Kationenaustauschern 282; chromatographische Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in Industrieabwasser 293; colorimetrische Kupferbestimmung in Seewasser 283; Bestimmung von Mangan 291; polarographische Nitratbestimmung 438; in Leitungswasser und Abwasser 438; in Meerwasser 439; Bestimmung von Ozon in Trinkwasser 286; Bestimmung von organisch-gebundenem Phosphor in Meerwasser 294; Bestimmung von Pyridin und Pyridinbasen in Abwasser 293; Bestimmung von Sauerstoff 285; colorimetrische Bestimmung von Sauerstoff 285; Bestimmung von Schwermetallen und Kieselsäure in chromatbehandeltem Kühlwasser 282; von Sulfit im Kesselwasser 288; spektrophotometrische Bestimmung von

Thorium 284; Sauerstoffverbrauch von Abwässern 287; Zusammenstellung der modernen Bestimmungsmethoden von Wasser 295; Apparatur zur Bestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 142; spektroskopische Schnellbestimmung 65; Bestimmung in Äther 376; in flüssigem Ammoniak mit dem Karl-Fischer-Reagens 66; in Nylon 296; in Öl 296; in Petroläther, Paraffinöl, Benzol, Toluol, Xylol, Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff 376; in pharmazeutischen Produkten nach Karl Fischer 388; in Rutin 399; in Silagegut, Heu und Getreide 79; Isolierung von Triäthylenglykol aus Mischungen mit Wasser und Glycerin 212; siehe auch Feuchtigkeit.

Wasser-, Essigsäure- und Dimethylanilingemische, Analyse 367.

Wasserstoff, Bestimmung in Gemischen von Stickstoffoxyden 366; Mikro- und Halbmikrobestimmung in organischen Substanzen 60; Schnellbestimmung in organischen Substanzen 60; gleichzeitige Bestimmung mit C und S in organischen Substanzen 60.

Wasserstoff-Deuteriummischungen, spektrophotometrische Untersuchung 141.

Wein, Bestimmung von Glycerin 252; polarographische Bestimmung des Cu-Gehaltes 442.

Weinähnliche Erzeugnisse, Bestimmung von Glycerin 252.

Weinsäure, R_f-Wert 457.

Wismut, indirekte colorimetrische Bestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 145; komplexometrische Bestimmung 52; Papierchromatographie 454; R_f-Wert 453; Halbstufenpotential 442; spektralanalytische Bestimmung in Blei 42; spektralanalytische Erfassung bei der Spurenanalyse 83.

Wolfram, Bestimmung nach dem Dithiolverfahren in biologischem Material 235; halbquantitative Bestimmung in Niob-Tantalpräparaten und Trennung des Wolframs von Nb und Ta 24.

Wolframate, Infrarotspektra 121.

Wolframoxyde, röntgenographische Identifizierung 77.

Xanthin, R_f-Wert 136.

Xanthone, Reaktion mit Borverbindungen 141.

Xylol, Wasserbestimmung in Xylol 376.

Xylose, Bestimmung durch zweidimensionale Papierchromatographie 201.

Ytterbium, R_f-Wert 454.

Yttrium, R_f-Wert 454.

Yttriumgruppe, Aufarbeitung durch Fällung aus homogener Lösung 144.

Zimtsäure, Hydrierung 59.

Zimtsäurederivate, papierchromatographische Identifizierung 463.

Zink, empfindlicher spektralanalytischer Nachweis 41; Nachweis neben Ni durch oscillographische polarographische Analyse 435; Nachweis mit Dithizon im Pflanzengewebe 298; Tüpfelnachweis in Silberlegierungen 66; colorimetrische Bestimmung in lothringischen Eisenerzen 374; komplexometrische Titration 20, 52; quantitative und qualitative papierchromatographische Untersuchung 131, 454; R_f-Wert 453; polarographische Bestimmung 126; neben Nickel 124; in Erzen 374; in Pflanzenmaterial und Bodenproben 441; in Insulin 443; Halbstufenpotential 442; spektrophotometrische Bestimmung mit Phenanthrolin 56; spektralanalytische Erfassung bei der Spurenanalyse 83; spektrographische Bestimmung in Schmiermaterialien 44; Spurenbestimmung mit Hilfe von Pilzkulturen 226; Bestimmung in biologischem Material 226; Trennung von Mangan, Eisen und den Erdalkalien mit Trithiokohlensäure 19.

Zink-1,10-Phenanthrolinkomplexe, Anwendbarkeit zu analytischen Bestimmungen 56.

Zinkerze, Bestimmung von Indium in Cd-haltigen Zinkerzen durch oscillographische Polarographie 435.

Zinn, Tüpfelnachweis in Silberlegierungen 66; spektralanalytische Erfassung bei der Spurenanalyse 83; Bestimmung in gefälltem Antimonsulfid 144.

Zirkonium, analytische Chemie 93; Bestimmung mit Tetrachlorphthalsäure

94; colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen 146; Einfluß von Fremdstoffen auf die Bestimmung 95; photometrische Bestimmung in Mg-Legierungen 67; Bestimmung im Stahl 72.

Zirkoniumtetrachlorphthalat, Zusammensetzung 96.

Zirkonoxychlorid-Purpurin-(1,2,4-Trioxyanthrachinon)-Farblack, zur Fluoridbestimmung in Wasser 289.

Zucker, Bestimmung nach der Hypojoditmethode 337; colorimetrische Bestimmung 205; papierchromatographische Bestimmung 130; Sprühreagens zum Nachweis reduzierender Zucker in der Papierchromatographie 462; quantitative Analyse in Pflanzenextrakten durch Ionenaustauschchromatographie 49.

Zuckerartige Stoffe, Bestimmung nach der Hypojoditmethode 337.

Zweikomponentenmischung, spektrophotometrische Bestimmung eines Bestandteiles 57.

Zweistoffgemische, infrarotspektroskopische Analyse 119.

Zweiwertige Metalle, Abtrennung von den dreiwertigen 203.